

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA



**FABRICACIÓN DE MATERIALES COMPUESTOS REFORZADOS CON
FIBRAS NATURALES MEDIANTE EL MÉTODO DE PRENSADO EN FRÍO
PARA APLICACIONES AERONÁUTICAS**

Por
FABIÁN BASALDÚA ROBLEDO

**Como requisito parcial para obtener el Grado de
MAESTRÍA EN CIENCIAS DE LA INGENIERÍA AERONÁUTICA**

Julio, 2016

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA

SUBDIRECCIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO



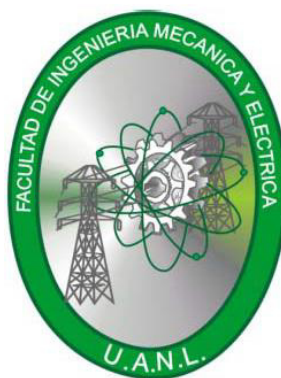
**FABRICACIÓN DE MATERIALES COMPUESTOS REFORZADOS CON
FIBRAS NATURALES MEDIANTE EL MÉTODO DE PRENSADO EN FRÍO
PARA APLICACIONES AERONÁUTICAS**

Por
FABIÁN BASALDÚA ROBLEDO

**Como requisito parcial para obtener el Grado de
MAESTRÍA EN CIENCIAS DE LA INGENIERÍA AERONÁUTICA**

San Nicolás de los Garza, N. L., Julio, 2016

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN
FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA
SUBDIRECCIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO



**FABRICACIÓN DE MATERIALES COMPUESTOS REFORZADOS CON
FIBRAS NATURALES MEDIANTE EL MÉTODO DE PRENSADO EN FRÍO
PARA APLICACIONES AERONÁUTICAS**

Por

FABIÁN BASÁLDUA ROBLEDO

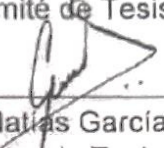
**Como requisito parcial para obtener el Grado de
MAESTRÍA EN CIENCIAS DE LA INGENIERÍA AERONÁUTICA**

San Nicolás de los Garza, N. L., Julio, 2016


UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN
FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA
SUBDIRECCIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO

Los miembros del Comité de Tesis recomendamos que la tesis "FABRICACIÓN DE MATERIALES COMPUESTOS REFORZADOS CON FIBRAS NATURALES MEDIANTE EL MÉTODO DE PENSADO EN FRÍO PARA APLICACIONES AERONÁUTICAS", realizada por el alumno FABIÁN BASALDÚA ROBLEDO, matrícula 1654710, sea aceptada para su defensa como opción al grado de Maestría en Ciencias de la Ingeniería Aeronáutica.


El Comité de Tesis



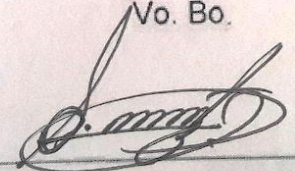
Dr. Ulises Matías García Pérez
Director de Tesis



Dra. María de Jesús de la Garza Galván
Revisor



Dr. Edgar Adrián Franco Urquiza
Revisor

Vo. Bo.


Dr. Simón Martínez Martínez
Subdirector de Estudios de Posgrado

San Nicolás De Los Garza, N.L., Julio 2016

DEDICATORIA

A los amores de mi vida, Elizabeth mi esposa y a mi hija María Fernanda, motores que me impulsaron en la redacción de este escrito, esfuerzo conjunto de todos como familia.

A mis padres y hermanos que en todo momento me han apoyado y brindado mucho amor, comprensión y alegría. En especial a mi padre y a mi hermana Fabiola, quienes soñaron con realizar un estudio de posgrado, pero la vida tuvo otros planes para ellos, espero que vean el reflejo de sus enseñanzas y apoyo en este trabajo, y que lo sientan también de ustedes.

Dedico este trabajo también a todos los que han creído en mí y me han brindado su apoyo y amistad a lo largo de mi trayectoria de vida.

AGRADECIMIENTOS

A Dios por haberme permitido concretar esta etapa de mi vida y darme siempre fuerza y alegría para continuar en la vida.

Al Dr. Ulises García, por todo el apoyo brindado durante mis estudios de posgrado, por sus enseñanzas y el estilo único de asesoramiento, supervisión y lecciones de vida que de él obtuve.

Al M.C. José de Jesús Mayagoitia, quién despertó en mí el interés por la Ciencia e Ingeniería de Materiales.

Al Dr. Eduardo Liceaga, Daniel Martínez y Octavio García, por sus enseñanzas y consejos durante los estudios de maestría.

A mis amigos en la maestría, Fernando, Armando, Martín, Victor, Giovanna y Francisco, con quienes se hacía más amena la estancia y se alegraban los días.

A Saúl Torres por su amistad, apoyo y por todos los proyectos académicos y anécdotas divertidas que pasamos.

Al CONACyT por creer en los jóvenes y haber apoyado mis estudios y a este proyecto

A la Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica de la Universidad Autónoma de Nuevo León, y a rectoría de la UANL, por todo el apoyo administrativo y económico recibido.

A todo el personal adscrito al Centro de Investigación e Innovación en Ingeniería Aeronáutica, quienes en mayor o menor medida, aportaron a este trabajo.

Joan Andreau Mayugo Majoj y su equipo de trabajo que apoyaron a este trabajo mediante los ensayos a flexión en España.

A todas aquellas personas que no están en esta lista, pero que hicieron posible que hoy esté redactando estas líneas, por su apoyo, gracias.

INDÍCE GENERAL

RESUMEN.	VIII
1. INTRODUCCIÓN.	1
1.1. Los materiales compuestos.	4
1.1.1. Tipos de matrices.	5
1.1.2. Tipos de refuerzos.	7
1.1.3. Materiales compuestos de matriz polimérica de mayor uso en el sector aeronáutico.	8
1.2. Impacto ecológico de los materiales compuestos.	13
1.2.1. Contaminación ambiental derivada del uso de materiales compuestos con refuerzo de fibra de vidrio. .	14
1.2.2. Principales líneas de investigación para minimizar el impacto ecológico producido por los GFRP.	15
1.2.2.1. Fibras vegetales como refuerzo de materiales compuestos.	16
1.2.2.2. Modificación de las fibras naturales vegetales.	20
1.2.2.3. Tratamientos químicos de fibras vegetales para su empleo en materiales compuestos	22
1.2.3. Aplicaciones aeronáuticas de materiales compuestos de matriz polimérica reforzada con fibras naturales.	24
1.3. Hipótesis.	28
1.4. Objetivos.	28
1.4.1. Objetivo general.	28
1.4.2. Objetivos específicos.	28
2. EXPERIMENTACIÓN.	29

2.1.	Preparación de las Fibras.	29
2.1.1.	Tratamiento químico de las fibras.	30
2.2.	Elaboración de materiales compuestos de matriz epóxica (MCME) con refuerzo de fibras naturales.	32
2.2.1.	Diseño del molde.	34
2.2.2.	Limpieza y preparación superficial de molde.	35
2.2.3.	Polimerización de resina epóxica.	35
2.2.4.	Laminado manual.	36
2.2.5.	Curado con prensado en frío.	36
2.2.6.	Maquinado y acabado de las placas.	36
2.3.	Caracterización.	37
2.3.1.	Espectroscopia de infrarrojo.	37
2.3.2.	Determinación de la adsorción y desorción de agua, y porcentaje de humedad de las fibras.	38
2.3.2.1.	Adsorción y desorción de agua.	38
2.3.2.2.	Porcentaje de humedad.	39
2.3.3.	Microscopía óptica.	40
2.3.4.	Determinación de la masa por unidad de área y densidad.	40
2.3.5.	Ensayos mecánicos.	40
2.3.5.1.	Ensayo mecánico a la tensión.	41
2.3.5.2.	Ensayo a la flexión del tipo 3 puntos.	42
3.	RESULTADOS Y DISCUSIÓN.	44
3.1.	Tratamiento químico a fibras naturales.	44
3.2.	Espectroscopia de infrarrojo.	49
3.3.	Determinación de la adsorción y desorción de agua, y porcentaje de humedad en las fibras.	54
3.3.1.	Adsorción y retención de agua.	54
3.3.2.	Porcentaje de humedad.	57
3.4.	Microscopía óptica de fibras.	58

3.5.	Determinación del peso específico y densidad específica de los materiales compuestos elaborados.	64
3.6.	Ensayo mecánico a tensión.	66
3.7.	Microscopía óptica en región de falla por ensayo a la tensión.	72
3.8.	Resultados de ensayo a la flexión 3 puntos.	79
4.	CONCLUSIONES.	83
5.	REFERENCIAS.	85

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1.1.	Propiedades mecánicas de los GFRP y sus componentes.	12
Tabla 1.2.	Principales investigaciones relacionadas con el presente trabajo realizadas hasta la fecha.	23
Tabla 2.1.	Agentes modificadores, concentraciones y tiempos de exposición empleados para las fibras de coco.	21
Tabla 2.2.	Experimentos realizados en las fibras de coco con cada uno de los 3 agentes modificadores empleados.	31
Tabla 2.3.	Matriz de experimentación de materiales compuestos reforzados con fibras naturales.	33
Tabla 3.1.	Porcentaje de sorción y retención de agua de las fibras estudiadas con 48 h de exposición en agua.	54
Tabla 3.2.	Porcentaje de humedad de las fibras de coco, yute y henequén.	57
Tabla 3.3.	Peso específico y densidad de los materiales compuestos de matriz epóxica y refuerzo de fibra de coco, yute y henequén.	64
Tabla 3.4.	Resultados de los ensayos a tensión.	66
Tabla 3.5.	Resultados obtenidos de la prueba a flexión en tres puntos en materiales compuestos con fibras dispuestas aleatoriamente, de acuerdo a la norma ASTM D790M. . .	80
Tabla 3.6.	Resultados obtenidos de la prueba a flexión en tres puntos en materiales compuestos con fibras tejidas a 0°/ 90°, de acuerdo a la norma ASTM D790M.	82

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1.1.	Clasificación general de los materiales compuestos. . . .	5
Figura 1.2.	Empleo de materiales compuestos en un Boeing 787 de última generación.	10
Figura 1.3.	Clasificación de las principales fibras vegetales empleadas por el ser humano.	16
Figura 1.4.	Estructura molecular de la celulosa (A), hemicelulosa (B), pectina (C) y lignina (D).	19
Figura 1.5.	Fibras vegetales aplicadas en la industria automotriz. . .	24
Figura 1.6.	Ejemplo de las diversas aplicaciones de las fibras vegetales como refuerzo en matrices poliméricas.	25
Figura 1.7.	Principal aplicación de los materiales compuestos de matriz polimérica con refuerzo de fibras vegetales A) Interiores de una aeronave objetivos de ser reemplazados por estos nuevos materiales. B) Constitución básica de los materiales compuestos de matriz polimérica reforzados con fibras vegetales. C) Panel lateral interno de aeronave Boeing hecho con materiales compuestos reforzados con fibras vegetales..	26
Figura 2.1.	Geometría del molde para manufactura de placas.	35
Figura 2.2.	Probeta de ensayo de tensión.	41
Figura 2.3.	Esfuerzos a tensión y compresión que tienen lugar durante un ensayo a flexión del tipo 3 puntos.	42
Figura 3.1.	Pérdida en peso de las fibras de coco después del tratamiento químico con diversos compuestos químicos a diferentes concentraciones y tiempo de exposición: a) $C_{12}H_{25}NaO_4S$, b) NaOH y c) NaClO.	45

Figura 3.2.	Estructura de las fibras naturales y distribución de los tres constituyentes principales.	47
Figura 3.3.	Espectros de IR de las fibras de coco expuestas a lauril sulfato de sodio a diversas concentraciones: A) 3 %p/p, B) 5 %p/p y C) 10 %p/p.	49
Figura 3.4.	Espectros de IR de las fibras de coco expuestas a hidróxido de sodio a diversas concentraciones: A) 3 %p/p, B) 5 %p/p y C) 10 %p/p.	50
Figura 3.5.	Espectros de IR de las fibras de coco expuestas a hipoclorito de sodio a diversas concentraciones: A) 3 %p/p, B) 5 %p/p y C) 10 %p/p.	51
Figura 3.6.	Acumulación de agua inter fibrilar. A) Acumulación de agua en fibras gruesas. B) Acumulación de agua en fibras delgadas. C) Representación microscópica de la acumulación de agua en fibras gruesas por tensión superficial. D) Representación microscópica de la acumulación de agua en las fibras delgadas por tensión superficial.	56
Figura 3.7.	Micrografías de fibras de coco tratadas bajo diferentes reactivos.	59
Figura 3.8.	Micrografías de fibras de yute tratadas bajo diferentes reactivos.	62
Figura 3.9.	Micrografías de fibras de henequén tratadas bajo diferentes reactivos.	63
Figura 3.10	Gráficas representativas esfuerzo – deformación. A) Resina epóxica. B) Resina epóxica reforzada con 40 gramos de fibras de vidrio cortas y aleatorias.	67
Figura 3.11	Curvas esfuerzo-deformación de los materiales compuestos de matriz epóxica reforzados con diferente cantidad de fibras de coco y agentes modificadores. a)	

	sin tratamiento y 40 g, b) sin tratamiento y 50 g, c) NaClO y 40 g, d) NaClO y 50 g, e) NaOH y 40 g, f) NaOH y 50g, g) LSS y 40 g y h) LSS y 50 g.	69
Figura 3.12	Gráficas representativas esfuerzo – deformación para las fibras de henequén. A) fibras sin tratamiento. B) fibras tratadas con hidróxido de sodio. C) fibras tratadas con LSS.	70
Figura 3.13	Gráficas esfuerzo – deformación para las fibras de yute. A) fibras sin tratamiento. B) fibras tratadas con hidróxido de sodio. C) fibras tratadas con LSS.	71
Figura 3.14.	Micrografías zona de fractura a la tensión de probeta de material compuesto de matriz epóxica con refuerzo de fibra de coco (40 gramos). a) y b) fibras sin tratamiento. c) y d) fibras tratadas con NaOH 3% p/p 3 horas.	73
Figura 3.15.	Micrografía de las probetas, ensayadas a tensión, de material compuesto de matriz epóxica y fibras de coco. a) y b) corresponde a fibras de coco tratadas con hipoclorito de sodio 3% p/p, 3h; c) y d) corresponden a fibras de coco tratadas con lauril sulfato de sodio 3% p/p, 3h.	75
Figura 3.16.	Micrografía de las probetas ensayadas a tensión, de material compuesto de matriz epóxica y fibras de yute. a) y b) corresponde a fibras de yute sin tratamiento; c) y d) corresponden a fibras de yute tratadas con hidróxido de sodio 3% p/p, 3h. e) y f) corresponden a las fibras de yute tratadas con lauril sulfato de sodio 3% p/p, 3h.	74
Figura 3.17.	Micrografía de las probetas ensayadas a tensión, de material compuesto de matriz epóxica y fibras de henequén. a) y b) fibras de henequén sin tratamiento; c) y d) fibras de henequén tratadas con NaOH 3% p/p, 3h. e) y f) corresponden a las fibras de henequén tratadas con lauril sulfato de sodio 3% p/p, 3h.	78

RESUMEN

En el presente trabajo se evaluaron los efectos fisicoquímicos que tuvieron lugar en fibras de coco, yute y henequén, después de haber sido tratadas en soluciones acuosas con hidróxido de sodio, lauril sulfato de sodio e hipoclorito de sodio. Así como también la repercusión de dichos tratamientos en las propiedades físicas de materiales compuestos de matriz epóxica (MCME) que emplearon a dichas fibras como elementos de refuerzo.

Las fibras de coco, yute y henequén fueron caracterizadas por microscopía óptica, espectroscopía de infrarrojo con transformada de Fourier (FTIR), análisis de pérdida másica post-tratamiento, análisis de absorción y desorción de agua y análisis de humedad contenida. Los materiales compuestos elaborados por el método de deposición manual de fibras con orientación aleatoria y polimerizado en compresión en frío, así como también los elaborados con fibras tejidas 0°/90° y polimerizados en bolsa de vacío con temperatura alta, fueron caracterizados con ensayos a la tensión, ensayos a la flexión, microscopía óptica y análisis de densidad.

El efecto de parámetros como el tipo de agente modificador, la concentración de este en la solución alcalina, la duración del tratamiento químico, la técnica de manufactura del material compuesto y el tipo de fibra fue examinado con la finalidad de determinar su influencia sobre las propiedades mecánicas de los MCME reforzados con fibras vegetales.

Las pruebas mecánicas de flexión y tensión mostraron una superioridad de los MCME reforzados con fibras de yute, a su vez, los MCME reforzados con fibras de yute tratadas con NaOH y LSS mostraron las mejores propiedades

mecánicas, y en cuanto a la técnica de manufactura, los MCME reforzados con fibras orientadas y curados en bolsa de vacío y con temperatura alta de polimerizado resistieron los mayores esfuerzos a la tensión y a la compresión, y mostraron los mayores módulos elásticos respectivamente.

CAPÍTULO 1. INTRODUCCIÓN

Uno de los más grandes sueños del hombre ha sido el imitar el vuelo de las aves, desde la mitología griega hasta estudios más formales por Leonardo Da Vinci dan cuenta de lo presente que ha estado en la mente de aquellos que pretendían concretar el hito de emprender el vuelo.

La historia del desarrollo de las bases de la aeronáutica está escrita en su mayoría con la sangre de aquellos que intentaron desplazarse por un medio totalmente desconocido para el ser humano. Dichas pérdidas humanas al intentar sostenerse en el aire han tenido su origen en diversos detalles tecnológicos, uno de ellos, la ingeniería de materiales.

Desde la época de la antigua Grecia, con el relato de Ícaro que pereció cuando el primitivo material compuesto de sus alas se derritió ante el sol, se tenía ya en mente que los materiales serían el principal obstáculo que limitaría los esfuerzos de los inventores por desarrollar un artefacto que pudiese volar.

Pero remontémonos más atrás en la historia y hablemos de la importancia de los materiales en el desarrollo tecnológico de la humanidad y la evolución de dichos materiales hasta su impacto en la industria aeronáutica.

Desde sus inicios, el hombre ha buscado la subsistencia de su especie mediante la transformación de su entorno, haciendo su paso por este mundo lo más seguro y confortable posible. Dichas labores de alteración del medio iniciaron con la fabricación de herramientas a partir de los materiales que obtenían de la propia naturaleza, dentro de estas materias primas primitivas se encuentran las piedras, pieles, huesos, etcétera. Posteriormente, el ser humano

pasó a la era de los metales, dominando el cobre, el bronce, el hierro, el acero y demás aleaciones. Estas tecnologías fueron el resultado de la acumulación de conocimiento transmitido de generación en generación.

Aparte de su interés en el desarrollo de herramientas, el humano también dirigió sus esfuerzos en encontrar medios para protegerse de las adversidades del clima, comenzando por sus propias vestiduras y, posteriormente, la edificación de lugares habitables. Para esta tarea el hombre empleó materiales que podía adquirir de forma directa de la naturaleza. Ejemplo de esto son las chozas de piel, carrizo, paja, madera, y otros materiales. Conforme fue acrecentándose la necesidad de construir edificaciones más grandes y duraderas, nuevos materiales se hicieron necesarios, dentro de los cuales el cemento (hormigón) fue uno de los desarrollos más importantes en la historia.

Hasta aquí se ha hablado acerca de las necesidades básicas del hombre y la forma en que los materiales han sido clave en la satisfacción de éstas. La guerra no se puede dejar a un lado, ya que han sido los conflictos bélicos los que en los últimos siglos han sido precursores y aceleradores del desarrollo de nuevos y mejores materiales, ya sea para cuestiones ofensivas o defensivas.

Entre los adelantos tecnológicos y científicos más importantes impulsados por los grandes conflictos del siglo pasado están el desarrollo de la aviación, la exploración espacial, la energía atómica y las telecomunicaciones. Dichas tecnologías no hubiesen sido posibles sin el desarrollo de nuevos materiales, cada una de ellas significó enormes esfuerzos encausados a la obtención de componentes que fuesen capaces de soportar los requerimientos de las nuevas fronteras propuestas por el hombre.

Dentro de los nuevos materiales desarrollados por el hombre se encuentran los polímeros, comúnmente llamados plásticos. Estos materiales derivados del petróleo forman parte de la vida diaria en el mundo civilizado, hoy no se podría siquiera imaginar el mundo sin ellos. Dentro de sus ventajas están

su costo relativamente bajo y la alta facilidad de manufacturar productos constituidos de plástico.

Una de las grandes desventajas de los plásticos es que sus propiedades mecánicas restringen ampliamente su uso en campos donde su versatilidad podría ser de gran valía, de ahí que se sigan investigando métodos para modificar su desempeño. Dentro de las tecnologías desarrolladas para obtener mejores propiedades mecánicas se encuentran los refuerzos con materiales de otra naturaleza, dichos polímeros reforzados entran en la categoría de materiales compuestos.

El material compuesto de mayor uso desde el origen de este tipo de materiales es la fibra de vidrio inmersa en polímeros termofijos y termoplásticos. El desarrollo de plásticos reforzados con fibra de vidrio, GFRP, fue ampliamente investigado en la década de los años 30's, resultando en patentes para la fabricación de fibras de vidrio y de resinas que fungiesen como matriz.

Los GFRP han sido y siguen siendo utilizados en una amplia gama de aplicaciones ingenieriles, como lo son la construcción, vehículos aéreos, terrestres y marinos; mobiliario doméstico e industrial, entre otros. Una de sus limitantes es su alto costo relativo, alta densidad con respecto a materiales semejantes y la alta contaminación que se genera desde su manufactura hasta su disposición final.

En la industria aeronáutica han tenido un muy variado uso, siendo así que las primeras aplicaciones de este novedoso material compuesto fueron en los radomos de las aeronaves, cobertura del habitáculo dónde se resguarda el radar meteorológico y distintos radares, y sensores de uso militar. Después de ahí, su uso se hizo extensivo a otras aplicaciones de mediano a bajo compromiso estructural en aeronaves grandes comerciales, y de uso extensivo en aeronaves utilitarias y deportivas.

Hoy en día, el uso de este tipo de materiales compuestos ha sido debatido debido a problemas ecológicos, instando a los fabricantes a buscar métodos de

reciclaje con el fin de generar un menor impacto ambiental. Los esfuerzos se han dirigido principalmente a la búsqueda de métodos de reciclaje que resulten ser económicamente atractivos, formulación de matrices poliméricas biodegradables y reemplazo de las fibras de vidrio por fibras naturales orgánicas. Todas estas alternativas que buscan aminorar el daño a nuestro planeta deben sustituir a los GFRP conservando o mejorando las propiedades mecánicas originales, tarea que motiva a diversos grupos de investigación alrededor del mundo a realizar investigación básica y aplicada entorno al desarrollo de nuevos materiales compuestos.

1.1. LOS MATERIALES COMPUESTOS

Un material compuesto es más que un material heterogéneo, se dice que un material compuesto es aquel en el que están presentes dos o más constituyentes, en donde cada uno conserva sus propiedades fisicoquímicas, pero se encuentran interactuando de tal forma que las propiedades del material compuesto superan a las de los constituyentes aislados. Algunos autores se atreven a decir que básicamente son fibras de alta resistencia inmersas en una matriz de un material débil [1], es decir, dos componentes, una matriz y un refuerzo físicamente distinguibles entre sí.

Los materiales compuestos existen desde antes de que el hombre hiciera su aparición en el planeta. Existen materiales compuestos naturales, el mejor ejemplo es la madera, la cual combina fibras largas y resistentes de celulosa inmersas en una matriz conglomerante de lignina amorfa y hemicelulosa [2].

Una vez que el ser humano comenzó a modificar su entorno y trabajó con materiales de mayor complejidad, hicieron su aparición los primeros materiales compuestos sintéticos.

Los materiales compuestos evolucionaron conforme avanzaron las tecnologías de manufactura. La diversidad actual permite clasificarlos de diversas

maneras. En la figura 1.1 se muestra la clasificación general de los materiales compuestos.

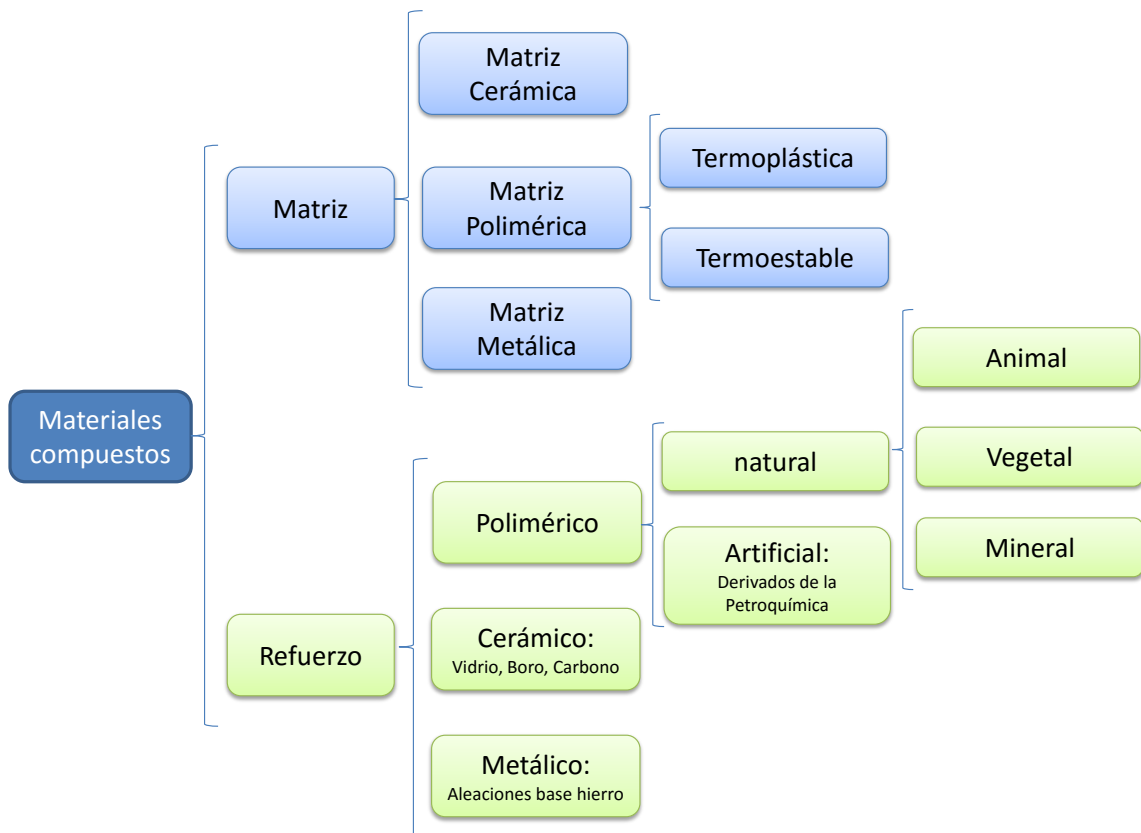


Figura 1.1. Clasificación general de los materiales compuestos.

1.1.1. TIPOS DE MATRICES.

Se considera que la matriz es el elemento de mayor proporción, generalmente refiriéndose a cuestiones volumétricas y/o másicas. Comúnmente, es el constituyente de menor resistencia mecánica y su principal aporte radica en la transmisión de esfuerzos hacia las fibras de refuerzo. Las matrices, como se puede observar en la figura 1, pueden ser cerámicas, poliméricas o metálicas.

Las matrices cerámicas generalmente se emplean cuando la temperatura de operación del material será alta, siendo el carburo de silicio y arreglos atómicos de carbono (grafito, grafeno, etc.) los más utilizados. La principal

limitante de las matrices cerámicas radica en que la fibra de refuerzo debe de tener una alta resistencia a la oxidación a altas temperaturas, esto debido a las microgrietas generadas en el cerámico, las cuales permiten el contacto entre las fibras y el medio ambiente de trabajo. Además, debe de existir compatibilidad química y compatibilidad de coeficientes de dilatación térmica [3].

Las matrices metálicas tienen una mayor gama de aplicación que las matrices cerámicas. Las aleaciones más empleadas como matrices son las de aluminio, titanio y aceros eutectoides orientados. Sus principales ventajas son la capacidad de trabajar a altas temperaturas (especialmente las aleaciones de titanio); su alta resistencia al impacto, alta resistencia a la compresión y una alta conductividad térmica y eléctrica. Dentro de sus principales desventajas están la limitante tecnológica de manufactura, lo que las hace costosas; las tecnologías de unión son complejas e ineficientes, y estas matrices son propensas a la fatiga térmica y a la corrosión [3]. Estas matrices metálicas son reforzadas con fibras de cerámicos que añaden propiedades de interés específico, tales como abrasivos, aislantes térmicos, etc.

Las matrices poliméricas se dividen en resinas termoplásticas (polipropileno, polifenil sulfano, poliamidas, polietileno, etc.) y en resinas termoestables (resinas poliéster, fenólicas, melaninas, silicones, poliuretanos, epóxicas, etc.). Las principales ventajas de estas matrices son su capacidad de adaptación a geometrías complejas, su baja densidad y alta disponibilidad. Sus limitaciones son muy variadas, ya que sus características son muy diferentes entre un polímero y otro, aunque todas comparten dos debilidades: la baja temperatura de operación y resistencia mecánica [4].

1.1.2. TIPOS DE REFUERZOS

Los refuerzos en un material compuesto suelen pensarse comúnmente como fibras alargadas, de hecho algunos autores se limitan a tratarlos como tales, pero la realidad es que los refuerzos pueden ser de cualquier geometría: esféricos, hojuelas, amorfos, fibras cortas, fibras largas, etc.

Cuando se dice que la característica principal de los refuerzos en un material compuesto es que son más resistentes, no se debe de pensar que por esta afirmación estos materiales son mejores en todo. Esta asunción hace referencia a alguna característica física en particular, por ejemplo, puede tener mayor dureza que la matriz, o mayor resistencia a la tensión, o mayor resistencia a los esfuerzos cortantes, etc.

Una clasificación de los refuerzos puede ser la propuesta en la figura 1, donde se dividen en 3 tipos al igual que las matrices.

De los refuerzos cerámicos, los más empleados son las fibras de vidrio, fibras de boro y fibras de carbono; estos refuerzos tienden a ser frágiles y tener poca resistencia a esfuerzos cortantes, su mayor aportación es la resistencia a esfuerzos de tensión direccionados paralelamente a su eje longitudinal. Una forma de emplear esta característica a favor del diseñador es el hacer uso de entramados (tejidos), en donde las propiedades resultantes sean ortotrópicas, o en algunos otros casos, isotrópicas al emplearlas con orientación aleatoria y con longitudes reducidas.

Los refuerzos metálicos son empleados generalmente para brindar elasticidad a medios rígidos, uno de los ejemplos más ilustrativos son las varillas de acero empleadas en el hormigón armado.

Existen propiedades que hacen atractivo el empleo de los polímeros como agentes de refuerzo. Ejemplo de estas propiedades son su baja densidad, alta ductilidad, gran resistencia al impacto, aislamiento térmico, aislamiento de vibraciones mecánicas, entre otras. En la actualidad, es posible encontrar

materiales compuestos reforzados con filamentos de PE de ultra peso molecular o nylon (cintas adhesivas).

De igual manera que los otros tipos de refuerzo, los materiales poliméricos se pueden trabajar en diversas configuraciones geométricas, ya sea en fibras largas, fibras cortas, fibras alineadas, fibras con orientación aleatoria, fibras hiladas, fibras hiladas y tejidas, etc.

1.1.3. MATERIALES COMPUESTOS DE MATRIZ POLIMÉRICA DE MAYOR USO EN EL SECTOR AERONÁUTICO

En un principio, la industria del autotransporte empleó principalmente madera con algunas aplicaciones metálicas. Ejemplo de esto lo vemos en las carretas, en donde la mayor parte de la estructura era de madera y los herrajes eran para propósitos específicos y estaban fabricados de acero al igual que algunos elementos de la suspensión y las ruedas. Este fue también el caso de los navíos, en donde la estructura principal, durante siglos, estuvo constituida principalmente de madera, con pequeñas piezas de metal para uniones y puntos de anclaje para tensores.

Con el inicio de la revolución industrial se requirieron procesos donde la maestría artesanal se relegó a un segundo plano y sobre todo, se requirió de una producción más rápida. Debido a esto se comenzó a desplazar a la madera por componentes metálicos que a su vez eran unidos por otros elementos también metálicos. La madera pasó a ser un elemento cosmético en estos vehículos.

Debido a los eventos de la primera guerra mundial que generaron escasez en los principales insumos que requería la sociedad (madera, acero, algodón, etc.), y la carrera armamentista por parte de los países avanzados, el desarrollo de nuevos materiales se hizo una necesidad inminente, acelerando el desarrollo de materiales basados en polímeros obtenidos de la petroquímica, entre otros.

Como resultado de estos trabajos de investigación y desarrollo se obtuvieron fibras sintéticas que reemplazaron al algodón, lino, henequén, yute y muchas más fibras naturales. También, se comenzaron a desarrollar las primeras resinas que mediante un proceso de polimerización podían adoptar formas determinadas con propiedades mecánicas suficientes para darles un uso civil y militar.

Fue en los años 30's que la empresa Owens Corning obtuvo por accidente un método para generar filamentos de SiO_2 , o lo que hoy conocemos como fibra de vidrio. Por ese tiempo, Du Pont avanzó en el desarrollo de resinas y plásticos, siendo en 1936 el año en que desarrolló una resina capaz de combinarse con la fibra de vidrio y formar un material compuesto. Esta resina fue el primer antecesor de la resina poliéster moderna [5-6].

Fue durante la segunda guerra mundial que se empleó por primera vez la fibra de vidrio inmersa en un polímero: fiberglass. Su aplicación, como se mencionó anteriormente, fue para reemplazar el contrachapado usado en el radomo de las aeronaves. Su primer uso civil fue también en el sector de la transportación, se usó para la construcción de botes y carrocerías de automóviles deportivos.

Posterior a esto, nuevas fibras y resinas siguieron desarrollándose, siendo las fibras de carbono inmersas en una matriz epóxica el siguiente material compuesto de gran relevancia a usarse en el sector aeronáutico. Esta nueva línea de materiales compuestos mostró un desempeño muy superior que el de las fibras de vidrio, siendo sus principales ventajas su ligereza y alta resistencia mecánica; aunque su alto costo ha limitado la propagación de su uso.

Resultado de estas ventajas y desventajas, la fibra de carbono inmersa en matrices poliméricas es un material exótico que tiene su mayor campo de aplicación en el sector aeroespacial, automotriz de alta gama y en algunos artículos deportivos de gran desempeño. En la figura 1.2 se muestra el empleo de los materiales compuestos en una aeronave de última generación.

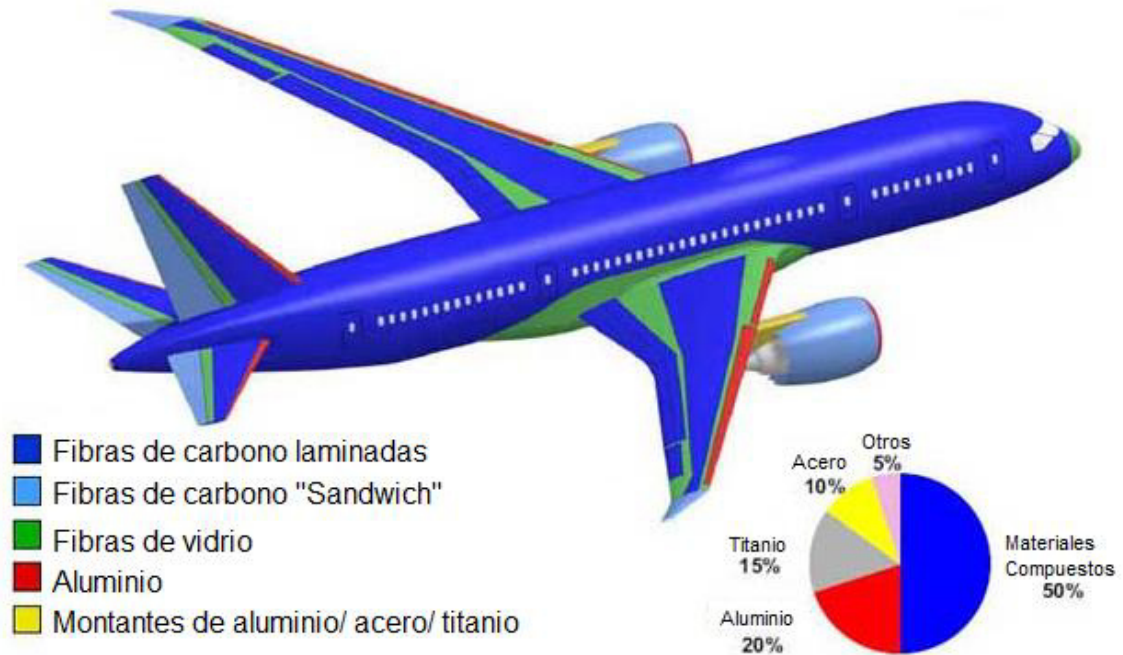


Figura 1.2. Empleo de materiales compuestos en un Boeing 787 de última generación.

En la actualidad, debido a las exigencias legislativas en cuanto a seguridad en la aviación, se busca el reemplazar materiales peligrosos como las resinas fenólicas y fibras de vidrio, con materiales renovables, ligeros y seguros.

Las fibras vegetales actuando como refuerzo en matrices poliméricas son una opción atractiva para reemplazar a otras fibras sintéticas, no obstante, son grandes los retos a vencer, entre ellos, la generación de tecnología que haga viable su uso a escala industrial y por otro lado, cumplir con la normativa vigente a nivel mundial, específicamente lo dictado por la Administración Federal de la Aviación, FAA, en Estados Unidos de Norte América y la Agencia Europea de Seguridad en la Aviación, EASA, en la Unión Europea.

Para aplicaciones en los interiores de las aeronaves, paneles decorativos sin propósitos estructurales por ejemplo, los estrictos requerimientos están ligados con la resistencia al fuego.

La resistencia al fuego es evaluada y validada a través de una serie de pruebas de acuerdo a la Regulación Federal de Aviación, FAR, #25, sección 25.853 apéndice F:

- Inflamabilidad.
- Prueba de liberación de energía térmica (OSU).
- Densidad de humo.
- Toxicidad de humo.

La resistencia al fuego es el mayor reto a vencer cuando se trabaja con fibras vegetales [31].

Entre los materiales compuestos más empleados en la industria aeronáutica están los materiales compuestos de matriz polimérica termofija con refuerzo de fibra de vidrio, mejor conocidos como materiales de fibra de vidrio o en inglés “Glass Fiber Reinforced Plastic - GFRP”, son polímeros reforzados por fibras de vidrio tejidas o aleatorias de corta longitud (mat).

Los componentes manufacturados con GFRP tienen una relación resistencia/peso mejor que varios materiales tradicionales que podrían desempeñar la misma función. Otra ventaja que ha extendido su uso es el rápido desarrollo de nuevos productos constituidos por GFRP.

El proceso de manufactura de las fibras de vidrio es llamado pultrusión. Dicho proceso es llevado a cabo en grandes hornos donde arena de sílice es gradualmente fundida junto con caliza, caolinita, dolomita, fluorita y otros compuestos. Una vez en estado líquido, la mezcla es extruida a través de dados que tienen un orificio de salida de aproximadamente entre 5 y 25 micras. Posteriormente, los filamentos obtenidos son recubiertos por una solución química para finalmente ser enrollados o tejidos para su uso posterior.

Las propiedades mecánicas de las fibras de vidrio dependen de la forma en que se apliquen las cargas en ésta, teniendo su mayor resistencia a la tensión cuando las cargas se aplican a lo largo de su eje longitudinal. Las fibras son

débiles a esfuerzos cortantes, y también en esfuerzos a compresión debido a su alto alargamiento. Una forma de lidiar con esta heterogeneidad de propiedades es el generar arreglos de fibras y mantenerlos en dichas posiciones mediante una matriz.

Además de esto, se pueden sobreponer múltiples capas de tejidos o entramados, orientadas en diferentes direcciones, lo cual incrementa la rigidez y sus propiedades pueden ser eficientemente controladas y aprovechadas. En la tabla 1 se puede observar algunas de las propiedades de mayor interés de los GFRP.

Tabla 1.1. Propiedades mecánicas de los GFRP y sus componentes.

Material	Gravedad específica	Esfuerzo a la tensión [MPa]	Esfuerzo a la compresión [MPa]
Resina poliéster	1.28	55	140
Resina poliéster y 30% de fibra de vidrio en MAT	1.4	100	150
Resina poliéster y 45% de fibra de vidrio tejida	1.6	250	150

Respecto a las técnicas de manufactura de componentes constituidos por GFRP, las más usadas son las siguientes [5]:

- **Aplicación manual o “hand lay-up”.** En esta técnica se debe de contar con una superficie sobre la cual se irán depositando las capas de fibra de vidrio, ya sea tipo mat o tejida. Primero se aplica una capa de resina ya preparada con su catalizador, posterior a esto se coloca una capa de fibra

de vidrio la cual es impregnada posteriormente. El proceso se repite tantas veces como capas se deseen. Se deja polimerizar a condiciones ambiente.

- **Hand Lay-up con moldeo por compresión.** Esta técnica comienza de igual manera que el “hand lay-up”, la diferencia es que una vez que se termina de colocar e impregnar las diferentes capas de fibra de vidrio, se procede a comprimir la geometría a temperatura ambiente.

- **Técnica de prensado en caliente.** Se colocan las diferentes capas de fibra de vidrio y se van impregnando a mano, finalmente se comprime el arreglo y se aplica calor mediante resistencias eléctricas contenidas en los moldes compresores. Las temperaturas no son muy altas, generalmente oscilan entre los 50 a 100°C.

- **Mezcla y moldeo.** Se hace una mezcla de resina con fibras cortas y algunos materiales de relleno o “fillers”. La mezcla es posteriormente aplicada en el molde y se deja curar a temperatura ambiente o controlada.

1.2. IMPACTO ECOLÓGICO DE LOS MATERIALES COMPUESTOS

El impacto que ha tenido la actividad humana en nuestro planeta se ha incrementado de forma exponencial de la mano con el incremento de la población y acrecentado aún más por el consumismo desmedido que predomina en la sociedad actual.

En vista de esto, el sector aeronáutico ha sido pionero en la búsqueda de disminuir la afectación medioambiental debido a la manufactura, operación y disposición final de las aeronaves y sus equipos.

Anteriormente, empleando aleaciones de aluminio como principal componente en la estructura de los aviones, más del 96% en peso de las aeronaves se podía reciclar de forma fácil y económicamente rentable. Situación que ha cambiado de forma radical con la implementación de los materiales

compuestos reforzados con fibras sintéticas, de ahí que surja la necesidad imperante por desarrollar materiales amigables con el medio ambiente.

1.2.1. CONTAMINACIÓN AMBIENTAL DERIVADA DEL USO DE MATERIALES COMPUESTOS CON REFUERZO DE FIBRA DE VIDRIO

En la actualidad el tema de la contaminación ambiental es un punto de gran relevancia en las agendas de trabajo y legislación de la mayoría de los países industrializados. Debido a los altos índices de contaminación, cada vez son más estrictas las leyes que intentan regular el impacto del ser humano en el medio ambiente.

Los polímeros parecían ser la respuesta para la demanda tan grande de insumos de todo tipo por la sociedad. Se desarrolló una inmensa variedad de éstos; termoplásticos y termofijos, pero en un principio no se tuvo en cuenta el impacto tan negativo que iban a tener sobre nuestro planeta, esto debido a que no son biodegradables, y por lo general, su periodo de vida útil es bajo, ya sea por deterioro o por la filosofía de su uso desechable. El problema de la degradación es verdaderamente alarmante, ya que por ejemplo, una botella de plástico de polietileno puede llegar a tardar hasta 1000 años en degradarse completamente. Aunado a todo esto, algunos polímeros durante su degradación, tienden a liberar químicos que contaminan severamente a la tierra y mantos acuíferos.

Existen diversos motivos que han impulsado a la industria y a grupos de investigación a reducir el impacto ambiental de los GFRP, ya que los residuos generados a partir de la conformación de piezas de este material son muchos y a diferencia de otros materiales, por ejemplo los metales, estos desperdicios no son reciclables y los métodos de degradación acelerada no son económicamente atractivos para las empresas. Otro motivo de preocupación es que al finalizar la vida útil de las piezas de GFRP, estas tienen la misma problemática anteriormente descrita [8-9].

Hasta hace pocos años, la mayoría de los residuos provenientes del uso de GFRP eran incinerados, mientras otro tanto era simplemente enterrado. En la actualidad, nuevas regulaciones como la directiva europea 2000/53/EC limitan a los fabricantes de vehículos aéreos, terrestres y marítimos a que, a partir del año 2015, el 85% del total de peso de sus autotransportes debe de ser reciclado o reusado al final de su vida útil, el 10% deberá ser usado para generación de energía y solamente un 5% podrá ser confinado bajo tierra [10]. Esta directiva también responsabiliza al fabricante de vehículos a que, al final de la vida útil de estos, se haga responsable de su disposición conforme a la normatividad.

1.2.2. PRINCIPALES LÍNEAS DE INVESTIGACIÓN PARA MINIMIZAR EL IMPACTO ECOLÓGICO PRODUCIDO POR LOS GFRP

Debido a lo anteriormente expuesto, diversas líneas de investigación han surgido para desarrollar tecnologías que aminoren el impacto ambiental de los materiales compuestos, que cumplan con la normatividad internacional vigente y a su vez, sean económicamente favorables para las empresas que fabrican componentes de materiales compuestos o se dedican al reciclaje. Entre las opciones viables que en la actualidad se están investigando se encuentran:

- a) Sustitución de la matriz polimérica por matrices amigables con el medio ambiente provenientes de fuentes vegetales sustentables [14, 37].
- b) Sustitución de las fibras artificiales de refuerzo por fibras naturales vegetales.
- c) Generación de tecnologías que degraden las cadenas poliméricas de las resinas termoestables, de tal manera que sirvan como precursores base para nuevos compuestos químicos [38].
- d) Desarrollo de tecnologías que permitan separar a las fibras de alto valor (fibras de vidrio o fibras de carbono) sin ejercer daños físicos considerables a estas [39].

1.2.2.1. FIBRAS VEGETALES COMO REFUERZO DE MATERIALES COMPUESTOS

Las fibras naturales vegetales han sido empleadas por el hombre desde tiempos antiguos, se emplearon para la fabricación de indumentaria, para la construcción de viviendas, para la elaboración de cuerdas y redes, para la unión de elementos ente otras muchas aplicaciones.

En la figura 1.3 se muestra una forma de clasificar a las fibras vegetales, FV, de acuerdo a su origen.

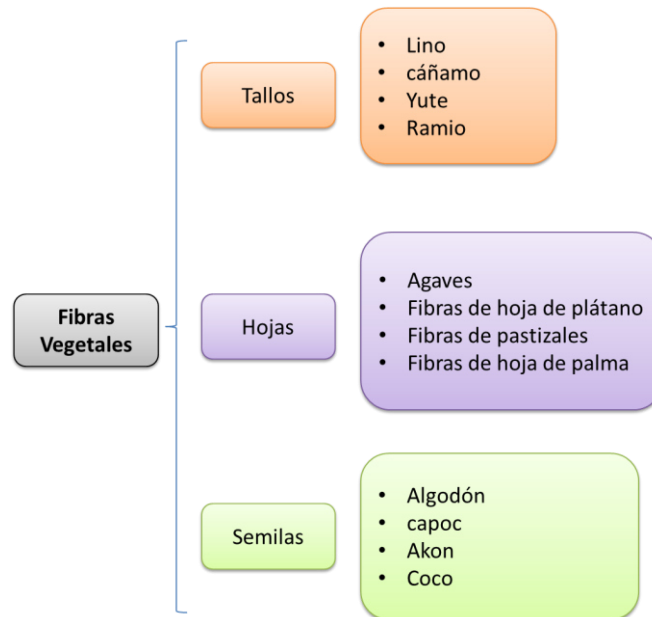


Figura 1.3. Clasificación de las principales fibras vegetales empleadas por el ser humano.

De las fibras expuestas en la figura 1.3, hay algunas que no se han implementado en el reforzamiento de matrices poliméricas debido a sus propiedades y su disponibilidad. Generalmente, se ha optado por la investigación de fibras con alta disponibilidad y que en ocasiones están siendo un problema de contaminación en su lugar de origen. Tal es el caso de la fibra de coco en algunas regiones del mundo, en donde su sobre explotación genera grandes cantidades de fibra que es manejada como desperdicio de bajo valor y por consiguiente es simplemente abandonada, propiciando la pérdida de fertilidad de la tierra donde es depositada. Tan solo en el año 2000, se generaron 8.36 millones de toneladas

de fibra de coco, las cuales en su mayoría fueron tratadas como desperdicio y abandonadas sobre el terreno de cultivo [11].

De las fibras anteriormente mencionadas, para el presente trabajo de investigación, se analizó cada una de éstas, tomando en cuenta tres principales parámetros: disponibilidad en el mercado nacional, resistencia mecánica y resistencia a la degradación por humedad.

Tomando en cuenta estos parámetros, se consideró que las tres fibras que mejor se adaptaron a los requerimientos son las fibras de coco, yute y henequén. Las tres fibras han sido empleadas durante siglos en las actividades comerciales e industriales alrededor del mundo.

Las fibras de coco presentan una baja manejabilidad, pero una alta resistencia mecánica y un bajo deterioro en el medio ambiente. Su naturaleza es tal que han evolucionado a lo largo de miles de años para soportar el ambiente marino, uno de los más agresivos en el planeta.

El henequén, planta mexicana originaria de la península de Yucatán, fue responsable del florecimiento de esta región durante el Porfiriato, ya que se exportaba a lo ancho y largo del mundo, teniendo su debacle al desarrollarse fibras artificiales que las sustituyeron de forma abrupta, dejando en la banca rota a esta industria mexicana. Estas fibras presentan altas propiedades mecánicas, tienen buena manejabilidad, su uso principal está en la fabricación de tejidos bidireccionales $0^{\circ}/90^{\circ}$ con hilos trenzados. Con estos tejidos se han fabricado costales para el transporte de mercancías variadas. En la época en que su uso fue extensivo, el traslado de las mercancías contenidas en costales de fibra de henequén se hacía por mar, probándose de sobra su resistencia a medios húmedos, salinos y exposición a rayos ultravioleta.

La fibra de yute, obtenida de los tallos de la planta de yute, son fibras de un diámetro de sección transversal menor que las fibras de henequén y de coco, su manejabilidad es mayor que la del henequén y su resistencia mecánica se ha probado en su principal uso, las cuerdas para embarcaciones marinas. Uso en el

cual, han sido sometidas al embate climatológico y al mismo tiempo, a grandes esfuerzos tensores y cortantes, pruebas que no dejan lugar a dudas de que esta fibra deba estar entre las tres fibras vegetales a estudiar.

Las fibras vegetales están compuestas principalmente de celulosa, hemicelulosa, pectina y lignina. El porcentaje de cada uno de estos constituyentes varía en cada especie, y dentro de la misma especie varía de acuerdo a las condiciones en las que creció la planta. La celulosa es el componente responsable de la rigidez de las fibras naturales. La hemicelulosa es un polisacárido totalmente amorfo de bajo peso molecular comparado con la celulosa. La naturaleza amorfa de la hemicelulosa da como resultado una parcial solubilidad en agua y soluciones alcalinas. La pectina, cuya función es mantener a las fibras juntas, es un polisacárido como la celulosa y la hemicelulosa. La lignina es un polímero amorfo pero a diferencia de la hemicelulosa, la lignina está conformada principalmente de anillos aromáticos y por lo tanto, no tiene mayor relación con la absorción de humedad. En la figura 1.4 se muestran las estructuras moleculares de los principales componentes de las fibras vegetales.

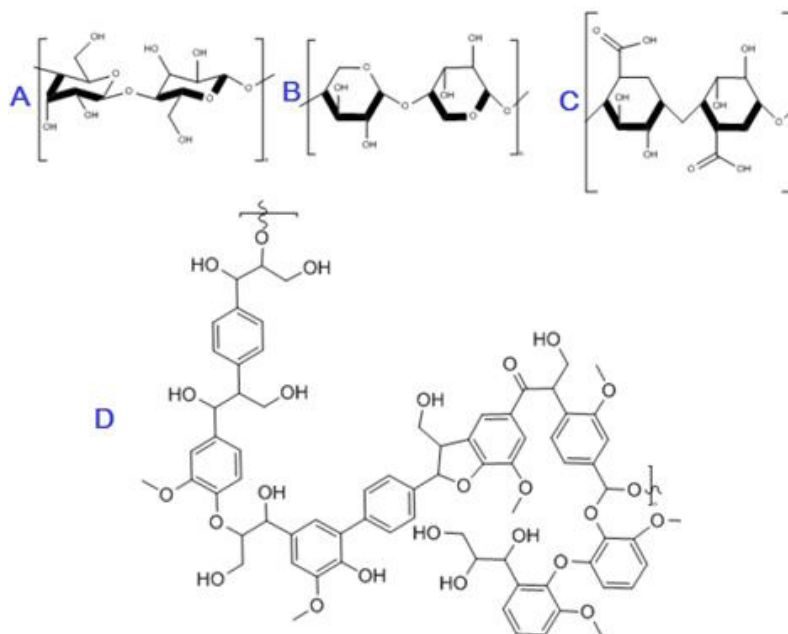


Figura 1.4. Estructura molecular de la celulosa (A), hemicelulosa (B), pectina (C) y lignina (D).

Las ventajas más significativas del uso de fibras naturales como refuerzo en materiales compuestos están en su costo, su sustentabilidad y densidad. Las fibras naturales tienen un costo promedio de \$0.50 USD/kg, y pueden crecer y estar listas para su cosecha en unos cuantos meses. Otra ventaja es que crecen en localidades aisladas donde pueden detonar la economía de esas regiones.

Entre algunos factores que actualmente limitan la producción a alta escala de materiales compuestos con refuerzo de fibras naturales se encuentra, la baja resistencia mecánica que presentan los materiales compuestos comparado con los GFRP. Esto es comúnmente debido a la incompatibilidad entre la fibra y la matriz polimérica. La impregnación de resina en las fibras naturales es realmente pobre comparada con las fibras de vidrio y esto constituye un reto para la manufactura a gran escala [24].

Un segundo factor limitante, es la absorción de humedad por parte de las fibras naturales, las cuales tienen la capacidad de absorber agua del medio ambiente. Esta absorción de humedad deforma la superficie de los materiales compuestos, lo que debilita su resistencia e incrementa su peso. Adicionalmente, con la absorción de agua en porcentajes de hasta 20% de su peso, la ventaja que suponía su baja densidad se ve nulificada [30]

1.2.2.2. MODIFICACIÓN DE FIBRAS NATURALES VEGETALES

Actualmente, el tratamiento de las fibras naturales es un campo de investigación que está recibiendo especial atención por diversos grupos de investigación [2, 8, 9, 11-24, 28, 30, 33-37].

La absorción de agua en las fibras naturales comúnmente ocurre debido a los grupos libres de hidroxilos en la cadena polimérica de la celulosa. Con una relación de 3 grupos de hidroxilo por cada cadena de glucosa, la cantidad de agua que puede absorber es de hasta 8 veces su peso. Mediante la modificación de estos hidroxilos, la absorción de humedad puede ser reducida. Existen varias

técnicas prometedoras que han sido estudiadas por varios grupos de investigación. Entre estos tratamientos se encuentran:

- a) **Impregnación de fibras.** Para lograr una mejor interacción entre las fibras naturales y la matriz polimérica, un tratamiento de impregnación previo de la fibra mediante una solución polimérica de baja viscosidad puede ser empleada. Uno de estos métodos se lleva a cabo mediante la impregnación de PVC. Con este tratamiento ha sido posible obtener una buena interacción con matrices de poliestireno [2].
- b) **Acoplamiento químico.** Es un conjunto de técnicas de modificación de las fibras en el que se mejora la adhesión interfacial entre la matriz polimérica y éstas. La superficie de la fibra es tratada con compuestos que forman uniones químicas entre la fibra y la matriz [2].
- c) **Copolimerización por injerto.** Es un método efectivo de modificación química. La reacción es iniciada por radicales libres de la molécula de celulosa. La celulosa es tratada con una solución acuosa con iones y es expuesta a radiación de alta energía. Posteriormente, la molécula de celulosa es fragmentada y se forman radicales. Después, los radicales son tratados con una solución con monómeros, los cuales se seleccionan conforme a la matriz, para que la fibra y la matriz sean compatibles [2].
- d) **Tratamientos con compuestos que contienen grupos $-\text{CH}_2\text{OH}$.** Mediante estos tratamientos, compuestos químicos que contienen grupos de metanol ($-\text{CH}_2\text{OH}$) forman uniones covalentes estables con las fibras de celulosa. Estos compuestos han sido ampliamente estudiados puesto que se han usado extensivamente en la industria textil. El tratamiento de celulosa con compuestos de metanol-melanina disminuye la absorción de humedad e incrementa la resistencia final del material compuesto [2].
- e) **Tratamiento con isocianatos.** Los materiales compuestos de matriz de PVC o PS reforzados con fibras vegetales pueden ser mejorados en sus propiedades mediante un tratamiento con una solución de polimetil-polifenil-isocianato (PMPPIC) en estado puro. El PMPPIC es

químicamente unido a la matriz de celulosa generando fuertes uniones covalentes que servirán de enlace con la matriz de PVC o PS [2].

- f) **Agentes de acoplamiento de triazina.** Los derivados de triazina generan uniones covalentes con las fibras de celulosa. La reducción de la absorción de humedad es debido a que se reduce el número de grupos de hidroxilo, reduciendo así la hidrofilia de la superficie de la fibra [2].
- g) **Organosilanos como agentes de acoplamiento.** Los organosilanos ya se han empleado como agentes de acoplamiento en las fibras de vidrio y los resultados obtenidos muestran que éstos funcionan para casi todas las matrices poliméricas [2].
- h) **Acetilación.** Consiste en la introducción de grupos acetil en combinaciones orgánicas que contienen grupos OH-, SN- ó NH₂. Normalmente las combinaciones para la acetilación con ácido acético son calentadas en presencia de un solvente, por ejemplo el benzol. En algunos casos la acetilación se acelera con catalizadores [16].
- i) **Mercerización.** La mercerización es un tratamiento en el cual se emplea una solución alcalina que modifica a las fibras vegetales. Dicho tratamiento produce una hinchazón de las fibras, modificando su estructura, dimensión, morfología y propiedades mecánicas. Principalmente el tratamiento alcalino actúa sobre la hemicelulosa removiéndola, teniendo un efecto de bajo impacto sobre la celulosa y la lignina. Adicional a la mejora de las propiedades mecánicas debido al tratamiento alcalino, se ha reportado mejora en la calidad del laminado de los materiales compuestos debido a que se mejora la adhesión fibra–matriz [22].

1.2.2.3. TRATAMIENTOS QUÍMICOS DE FIBRAS VEGETALES PARA SU EMPLEO EN MATERIALES COMPUESTOS

Se han reportado trabajos en los cuales se fabricaron materiales compuestos de diversas matrices; tales como, epóxicas, poliéster, polipropileno, resina de soya, etcétera. También se han empleado diversas fibras naturales como refuerzo, tales como fibras de planta de plátano, linaza, coco, yute y

henequén. De estas líneas de investigación, se ha seleccionado una lista de los principales trabajos que en la actualidad se están llevando a cabo y que son de relevancia como estado del arte que nos atañe.

Dentro de algunos resultados sobresalientes, están los logrados con las fibras de yute, en las cuales se ha experimentado con su modificación a través de ataques con NaOH, con lo cual se ha logrado incrementar hasta un 82% la resistencia a la tensión de las fibras con tratamiento químico, un 45% la elongación al quiebre, y se ha reducido la hidrofiliidad [12, 42].

También con NaOH se han tratado las fibras de henequén y coco, logrando un aumento en la resistencia a la tensión de un 14% en las primeras y un esfuerzo máximo a la tensión de 8.3 MPa en las segundas [13, 14, 16, 20, 21, 33, 36]. En otros casos se han implementado tratamientos más agresivos con el medio ambiente, como la acetilación, la cianoacetilación, etc. Logrando resultados que no justifican los costos económicos y ambientales del empleo de dichos tratamientos. En la tabla 1.2 se hace un condensado de algunos trabajos de investigación relacionados con las fibras vegetales y su interacción con matrices poliméricas.

Tabla 1.2. Principales investigaciones relacionadas con el presente trabajo realizadas hasta la fecha.

Matriz	Tipo de Fibra	Método de fabricación	Experimentación	Ref.
-----	Fibras de yute	-----	Modificación química de fibras de yute con NaOH.	[12]
Polipropileno	Fibras de henequén	Extrusión	Modificación química de fibras de henequén con NaOH y yeso.	[13]
Soy Protein Resin	Fibras de henequén	Hot pressing	Modificación química asistida de esfuerzos de fibras de henequén con NaOH.	[14]
Epóxica y poliéster	Fibras de henequén	Hand lay-up hot pressing	Modificación química asistida de esfuerzos de fibras de henequén con NaOH.	[15]
Epóxica	Fibras de henequén	Hot pressing	Modificación química asistida de esfuerzos de fibras de henequén con NaOH, ácido acético y tiocinato de sodio.	[16]
Epóxica	Fibras de coco	Hand lay-up cold pressing	Composites fabricados con resina epóxica reforzados con fibra de coco sin tratamiento químico. Se estudió la influencia de parámetros de fabricación: FVF, tiempo de curado y presión de curado.	[17]
Epóxica	Fibras de coco	Hand lay-up cold pressing	Composites fabricados con resina epóxica reforzados con fibra de coco sin tratamiento químico.	[18]

Epóxica	Fibras de coco	Hand lay-up cold pressing	Composites fabricados con resina epóxica reforzados con fibra de coco sin tratamiento químico.	[19]
-----	Fibras de coco	-----	Modificación química de fibras de coco con NaOH, NaClO ácido acrílico y ácido acético.	[20]
Epóxica	Fibras de coco	Hand lay-up	Composites fabricados con resina epóxica reforzados con fibra de coco con tratamiento químico	[21]
Poliéster	Fibras de coco	Hand lay-up	Composites fabricados con resina epóxica reforzados con fibra de coco con tratamiento químico, NaOH 5%.	[22]
Bright resin	Fibras de coco	Hand lay-up. Curado asistido de Vacío.	Composites fabricados con resina Bright reforzados con fibra de coco con tratamiento químico, NaOH 5%	[23]

1.2.3. APLICACIONES AERONÁUTICAS DE MATERIALES COMPUESTOS DE MATRIZ POLIMÉRICA REFORZADA CON FIBRAS NATURALES

Actualmente, las fibras naturales ya se están empleando por diversas empresas automotrices como agente de refuerzo de matrices poliméricas debido a las propiedades que presentan, tales como una densidad alrededor de 0.9 g/cm^3 , rigidez alrededor de 3000 MPa , resistencia al impacto de alrededor de 25 kJ/m^2 , y buenas características de absorción de sonido [43]. La industria automotriz, de la construcción, deportiva y la de construcción de mobiliario son algunas de las industrias que más han empleado este tipo materiales para la manufactura de diversos componentes [44].

En la industria automotriz, el grupo conformado por Mercedes Benz – Daimler Chrysler, ya los emplean en elementos no estructurales, sobretudo en cubiertas, paneles y toldos. Otras empresas automotrices que ya incorporan fibras naturales en sus componentes poliméricos son BMW, Renault y Citröen [45]. En la figura 1.5 se pueden observar algunos de los componentes que ya se están fabricando con matrices poliméricas y refuerzo de fibras naturales.



Figura 1.5. Fibras vegetales aplicadas en la industria automotriz.

Actualmente, los materiales compuestos reforzados con fibras naturales no son usados únicamente en aplicaciones estructurales o semi-estructurales para aplicaciones en el sector automotriz. La figura 1.6 muestra algunos ejemplos de aplicación que tienen estos nuevos materiales.



Figura 1.6. Ejemplo de las diversas aplicaciones de las fibras vegetales como refuerzo en matrices poliméricas.

En la industria de la construcción se han comenzado a emplear como elementos no estructurales, paneles de recubrimiento y demás accesorios. Se toma provecho de su acabado tipo natural y de ahí su valor añadido. En la industria mobiliaria ocurre algo similar, aprovechando su acabado decorativo, durabilidad y su economía.

Otras propiedades beneficiosas de los materiales compuestos con refuerzo de fibras vegetales es que son buenos aislantes térmicos y acústicos, propiedades que les dan un mayor rango de aplicación.

Las fibras vegetales actuando como refuerzo en matrices poliméricas son una opción atractiva para reemplazar a otras fibras sintéticas, no obstante, son grandes los retos a vencer, entre ellos, la generación de tecnología que haga viable su uso a escala industrial y por otro lado, cumplir con la normativa vigente a nivel mundial, específicamente lo dictado por la FAA en Estados Unidos de Norte América y la EASA en la Unión Europea.

Una de las futuras aplicaciones de estos materiales es en los interiores de las aeronaves [46], véase figura 1.7, paneles decorativos sin propósitos estructurales por ejemplo.

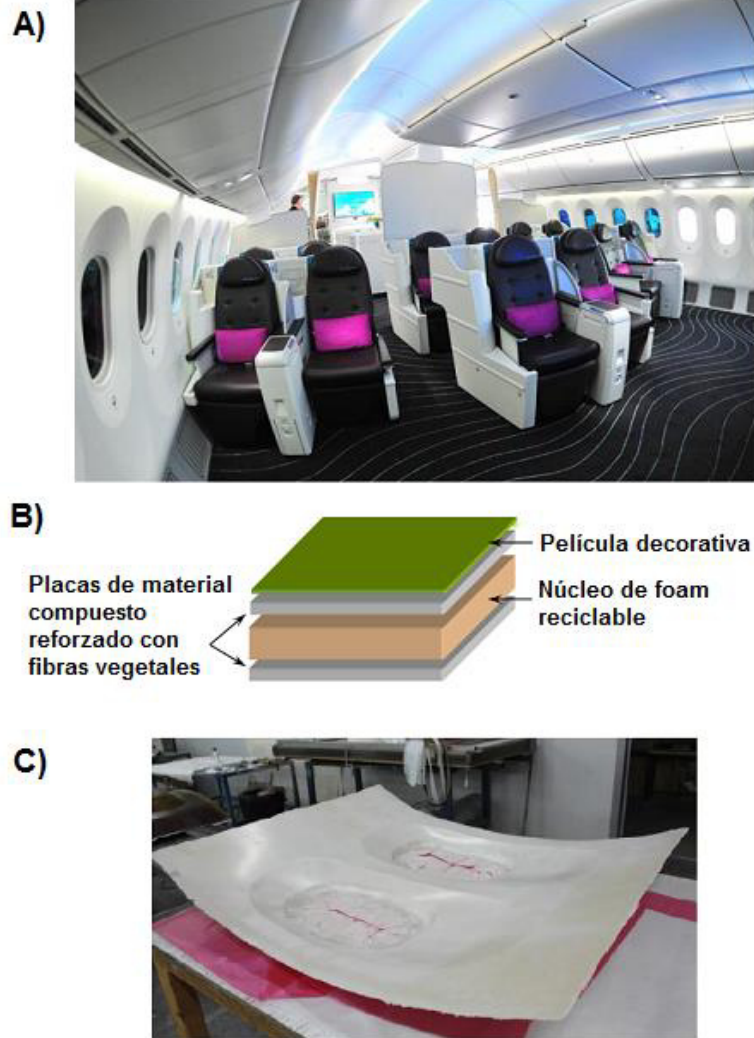


Figura 1.7. Principal aplicación de los materiales compuestos de matriz polimérica con refuerzo de fibras vegetales A) Interiores de una aeronave objetivos de ser reemplazados por estos nuevos materiales. B) Constitución básica de los materiales compuestos de matriz polimérica reforzados con fibras vegetales. C) Panel lateral interno de aeronave Boeing hecho con materiales compuestos reforzados con fibras vegetales.

Otra de las grandes dificultades al emplear fibras vegetales como refuerzo en materiales compuestos es su alta heterogeneidad de propiedades mecánicas y fisicoquímicas, ya que hasta la región en donde fue cultivada la planta influye en éstas.

Por ello, una alta normalización de los métodos de procesamiento de las fibras y métodos de manufactura de los materiales compuestos es una pieza clave para la industrialización de estos nuevos materiales en el sector aeroespacial.

Es por esta razón que la presente investigación tiene como fin realizar el estudio de los efectos que tienen los tratamientos químicos en fibras vegetales respecto a su desempeño como fibras de refuerzo en matrices epóxicas. Como método de manufactura se ha elegido el de deposición aleatoria y manual de las fibras, con un polimerizado en frío bajo presión. Se han elegido al hidróxido de sodio, al hipoclorito de sodio y al lauril sulfato de sodio como los agentes químicos a emplear en el tratamiento químico, ya que han demostrado tener cierta efectividad al mejorar las propiedades de los materiales compuestos en donde fungen como fibras de refuerzo.

Específicamente, se determinará la influencia que tienen factores como el tipo de agente químico, la concentración de éste, y el tiempo de ataque en las propiedades fisicoquímicas y mecánicas de las fibras y de los materiales compuestos elaborados con matriz epóxica y fibras vegetales tratadas como refuerzo.

1.3. HIPÓTESIS

La modificación superficial de fibras vegetales de coco, yute y henequén mejorará las propiedades de los materiales compuestos de matriz epóxica reforzados con fibras naturales.

1.4. OBJETIVOS**1.4.1. OBJETIVO GENERAL**

Modificar superficialmente a las fibras de coco, yute y henequén para que se mejoren las propiedades físicas, químicas y mecánicas de los materiales compuestos de matriz epóxica.

1.4.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- 1) Modificar la superficie de las fibras de yute, coco y henequén empleando como agentes modificadores NaOH, NaClO y LSS.
- 2) Estudio de las propiedades morfológicas, características espectroscópicas por infrarrojo, estudios de degradación másica, estudio de propiedades hidrofílicas y de porcentaje en peso de humedad.
- 3) Fabricar placas de material compuesto de matriz epóxica reforzado con fibras tratadas de coco, yute o henequén.
- 4) Evaluar el desempeño mecánico en flexión y tensión de los materiales compuestos reforzados con fibras vegetales.
- 5) Determinar la densidad y peso específicos de los materiales compuestos
- 6) Caracterizar mediante microscopía óptica la región de falla de los materiales compuestos.
- 7) Evaluar la interacción entre la resina epóxica y las fibras de coco, yute y henequén.

CAPÍTULO 2. EXPERIMENTACIÓN

En el presente apartado se presenta la metodología experimental seguida para la fabricación de los materiales compuestos de matriz polimérica reforzados con fibras naturales propuestos en este trabajo. Los materiales fueron fabricados con resina epóxica y fibras naturales de coco, yute y henequén, los cuales fueron empleados como matriz polimérica y agentes de refuerzo, respectivamente.

El procedimiento comenzó con el acondicionamiento de las fibras vegetales, lavándolas y cortándolas a las longitudes definidas en el proyecto. Posteriormente se caracterizaron las propiedades de las fibras con y sin tratamiento. Se desarrolló la tecnología requerida para llevar a cabo la manufactura de placas por medio de deposición manual de fibras y polimerizado en frío de la resina. Por último, se llevaron a cabo distintas técnicas de caracterización que se describirán en este capítulo.

2.1. PREPARACIÓN DE LAS FIBRAS

Inicialmente, se cortaron las fibras largas de coco sin procesar en tramos de aproximadamente 25 mm de longitud, separando los pequeños trozos de mesocarpio no fibroso que las acompañaban. Posteriormente, se sumergieron en agua destilada durante 15 minutos con agitación constante con la finalidad de que las impurezas se desprendieran con mayor facilidad. Una vez pasado este tiempo, se procedió a separar las fibras mediante filtración. El proceso anterior se repitió durante varias veces hasta que el agua destilada de lavado de las fibras no presentó coloración alguna y agentes extraños suspendidos en ella.

Las fibras de yute y henequén se adquirieron en rollos de cuerdas tejidas 0°/90°. Por ello, se cortaron cuadrados de 30 por 30 cm. Los recortes fueron introducidos en recipientes con agua destilada y fueron sometidos al mismo proceso de limpieza realizado a las fibras de coco.

Subsecuentemente, las fibras fueron secadas a temperatura ambiente cuidando que existiese la suficiente ventilación entre las fibras para evitar acumulamiento de humedad.

Las fibras de yute y henequén fueron finalmente cortadas en tramos de 25mm de longitud promedio.

2.1.1. TRATAMIENTO QUÍMICO DE LAS FIBRAS NATURALES

El tratamiento químico de las fibras de coco se realizó utilizando diferentes agentes modificadores, los cuales fueron hidróxido de sodio (NaOH), lauril sulfato de sodio ($C_{12}H_{25}NaO_4S$, LSS) e hipoclorito de sodio (NaClO). Con el objetivo de determinar el grado de modificación de las fibras de coco y evaluar la degradación en éstas, se realizó la exposición de las fibras a los agentes modificadores utilizando tres concentraciones y variando el tiempo de exposición.

En la tabla 2.1 se muestran los niveles empleados en las variables más significativas para el ataque químico de las fibras. Dicha matriz de experimentación fue aplicada en las fibras de coco.

Tabla 2.1. Agentes modificadores, concentraciones y tiempos de exposición empleados para las fibras de coco.

Agente Modificador	Concentración del agente modificador, (% p/p)	Tiempo de exposición para cada concentración, (h)
Hidróxido de sodio	3, 5 y 10	3, 6, 12, 24
Lauril sulfato de sodio	3, 5 y 10	3, 6, 12, 24
Hipoclorito de sodio	3, 5 y 10	3, 6, 12, 24

La modificación se llevó a cabo de la siguiente manera: primero fueron preparadas las soluciones de los agentes modificadores a tres concentraciones diferentes, 3, 5 y 10 %p/p. Para realizar el tratamiento químico de las fibras, se tomó una cantidad conocida de las fibras de coco cortadas y se sumergieron completamente en las soluciones de los agentes modificadores para cada concentración durante diversos tiempos de exposición. La matriz experimental resultante fue de 12 experimentos para cada uno de los agentes modificadores como se muestra en la tabla 2.2.

Tabla 2.2. Experimentos realizados en las fibras de coco con cada uno de los 3 agentes modificadores empleados.

Experimento	Concentración (% p/p)	Tiempo (horas)
1	3	3
2	3	6
3	3	12
4	3	24
5	5	3
6	5	6
7	5	12
8	5	24
9	10	3
10	10	6
11	10	12
12	10	24

Transcurrido el tiempo de exposición, las fibras de coco fueron filtradas y lavadas varias veces con agua destilada para remover el exceso de agente modificador en la superficie y, posteriormente fueron secadas a 80°C durante 24 h.

Con base a los resultados obtenidos de la caracterización realizada a las fibras de coco tratadas con los agentes modificadores antes mencionados, se

definieron las condiciones experimentales para las fibras de yute y henequén para generar una modificación superficial considerable en la fibra, sin afectar de forma adversa sus propiedades fisicoquímicas.

Para las fibras de yute y henequén se procedió a efectuar tratamientos químicos solamente con los agentes modificadores de lauril sulfato de sodio e hidróxido de sodio en una concentración de 3% p/p y un tiempo de exposición de 3 h.

2.2. ELABORACIÓN DE MATERIALES COMPUESTOS DE MATRIZ EPÓXICA CON REFUERZO DE FIBRAS NATURALES.

Una vez acondicionadas las fibras de coco, yute y henequén, se procedió a manufacturar los materiales compuestos de matriz polimérica (MCME) reforzados con fibras naturales mediante el método de prensado en frío con la deposición manual (hand lay-up) y orientación aleatoria de las fibras.

En la tabla 2.3 se presenta la matriz de experimentación llevada a cabo para estudiar el impacto de la funcionalización de la superficie de las fibras vegetales sobre las propiedades mecánicas de los MCME que las emplean.

Tabla 2.3. Matriz de experimentación de materiales compuestos reforzados con fibras naturales.

Orientación	Fibra	Fibra por placa (g)	Agente Químico	
No Orientada	Coco	40	S/T	
			NaClO	
			NaOH	
		LSS		
		50	S/T	
			NaClO	
	NaOH			
	Yute	40	LSS	
			S/T	
			NaOH	
		Henequén	40	LSS
				NaOH
				S/T
	Orientada 0°/90°	Yute	4 capas	NaOH
LSS				

Con el propósito de comparar las propiedades de los MCME reforzados con fibras naturales, se manufacturaron probetas de MCME reforzados con fibras de vidrio en disposición aleatoria también.

2.2.1. DISEÑO DEL MOLDE

El molde se diseñó acorde a las necesidades del método de prensado en frío, es decir, capaz de resistir esfuerzos normales. El material empleado para su construcción fue polimetil metacrilato, ya que este material posee propiedades tales como una transparencia cercana al 93%, una resistencia al impacto de 10 a 20 veces comparada con el vidrio, una densidad apenas por arriba de la del agua, 1190 kg/m³, dureza similar a la del aluminio, reparación de rayaduras por medio de simple aplicación de pasta para pulir, gran facilidad de maquinado y no reacciona con la resina epóxica [47].

Las dimensiones generales del molde se definieron para generar placas de las cuales se pudiesen obtener probetas de acuerdo a las siguientes normas:

- **ASTM D3039/D3039M-08** - “Standard Test Method for Tensile Properties of Polymer Matrix Composite Materials”.
- **ASTM D790-10** – “Standard Test Methods for Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials”.

En la figura 2.1 se observan las principales características geométricas del molde. Dicha configuración permitió su preparación previa a la manufactura de las placas de material compuesto y de igual manera, un fácil desmontaje de la pieza final.

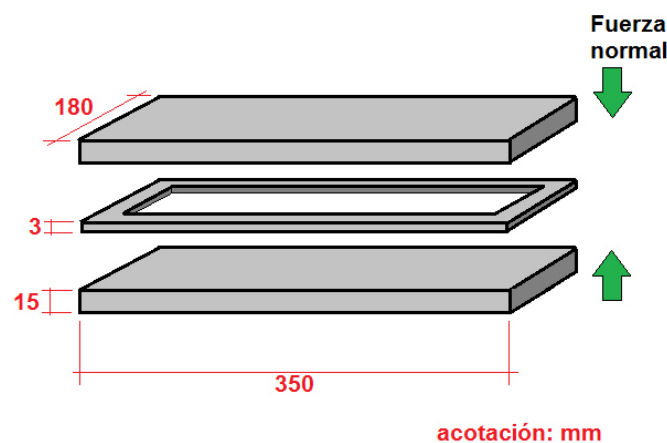


Figura 2.1. Geometría del molde para manufactura de placas.

2.2.2. LIMPIEZA Y PREPARACIÓN SUPERFICIAL DE MOLDE

Un factor de suma importancia a considerar durante el proceso de fabricación de los materiales compuestos, es sin lugar a duda la limpieza superficial del molde empleado. Debido a que la presencia de elementos contaminantes, puede conducir a la obtención de materiales con un acabado superficial no deseado. Con la finalidad de evitar algún tipo de contaminación en las muestras fabricadas, se realizó la limpieza del molde de polimetil metacrilato con toallas de algodón impregnadas con etanol (Productos Químicos Monterrey, 99%).

Una vez limpio el molde, se llevó a cabo la preparación superficial del mismo, la cual consistió en colocar 5 capas de desmoldante (TR Industries, High Temp). El tiempo de secado de cada capa fue de 15 minutos. La remoción de las capas de desmoldante se realizó con toallas de algodón.

2.2.3. POLIMERIZACIÓN DE RESINA EPÓXICA

El procedimiento seguido para la polimerización de la resina, consistió inicialmente en el pesado de la resina epóxica (Axson, Epolam 2015). Posteriormente, se pesó la cantidad de endurecedor (Axson, Epolam 2014) correspondiente al 32% en peso de la resina utilizada. Una vez realizado lo anterior, el endurecedor fue adicionado lentamente a la resina epóxica. Finalmente, la mezcla resultante se mantuvo en agitación durante 5 minutos a temperatura ambiente y obteniendo como resultado un líquido viscoso incoloro.

2.2.4. LAMINADO MANUAL

Para fabricar el laminado de material compuesto de matriz polimérica reforzado con fibras de coco, primeramente, se vertió una delgada capa uniforme de resina sobre el fondo del molde, lo anterior con el propósito de favorecer la adhesión de las fibras a la superficie y colocación homogénea de éstas en el área de interés. Las fibras fueron colocadas manualmente y con orientación aleatoria.

Posteriormente, se procedió a verter lentamente el restante de la resina epóxica sobre éstas, comenzando por la zona central y, posteriormente hacia los extremos de la placa. Finalmente, se colocó la tapa del molde.

2.2.5. CURADO CON PRENSADO EN FRIO

Se introdujo el molde en la prensa y lentamente se comprimió, cuidando dar tiempo para la liberación de las burbujas de aire de la placa. Esto se hizo durante un tiempo aproximado de 15 minutos, hasta alcanzar una fuerza normal sobre el molde de 5000 kg.f. Una vez prensado el molde, se dejó curar durante 24 horas a temperatura ambiente.

Una vez transcurrido el tiempo estipulado para el curado de la pieza, se procedió a retirar el molde de la prensa.

2.2.6. MAQUINADO Y ACABADO DE LAS PLACAS

Después de desmontar la pieza curada, se removieron los excesos de resina y fibra mediante un proceso de maquinado, para lo cual se usaron herramientas de corte convencionales. Finalmente, los bordes de la pieza fueron suavizados y uniformizados mediante lijado, para lo cual fueron empleadas lijas de alúmina de grano 200.

2.3. CARACTERIZACIÓN

En el presente apartado se detallará la metodología empleada para cada una de las técnicas de caracterización cualitativas y cuantitativas empleadas sobre las fibras de coco, yute y henequén, y en los materiales compuestos de matriz epóxica (MCME) reforzados con estas fibras.

2.3.1. ESPECTROSCOPIA DE INFRARROJO

La caracterización de los grupos funcionales de los compuestos principales de las fibras de coco, yute y henequén, se llevó a cabo mediante espectroscopía de infrarrojo con transformada de Fourier (FTIR), empleando un espectrómetro de infrarrojo Shimadzu modelo Prestige-21.

La técnica empleada para realizar el análisis de las muestras fue la de ATR. Los espectros obtenidos fueron medidos en el intervalo de longitud de onda de $4000\text{-}650\text{ cm}^{-1}$ con 30 barridos y la resolución de 1 cm^{-1} .

2.3.2. DETERMINACIÓN DE LA ABSORCIÓN Y DESORCIÓN DE AGUA Y PORCENTAJE DE HUMEDAD DE LAS FIBRAS

2.3.2.1. ABSORCIÓN Y DESORCIÓN DE AGUA

Con el objetivo de observar los cambios en las propiedades de absorción y desorción de agua de las fibras de yute, coco y henequén después de realizar los tratamientos químicos, se calculó el porcentaje de absorción y desorción de agua para las fibras tratadas a una concentración de 3% p/p de cada agente modificador con un tiempo de exposición de 3 horas. Como estándar de comparación fueron utilizadas fibras de coco, yute y henequén sin tratamiento químico.

El procedimiento seguido consistió en pesar una cantidad determinada de fibras lavadas y secas, las cuales posteriormente se sumergieron en 250 mL de agua destilada y se dejaron sumergidas durante 48 horas. Después de transcurrido este tiempo las fibras fueron retiradas del agua y se colocaron en una malla de filtrado para favorecer el escurrimiento de la misma. Finalmente, las fibras húmedas fueron pesadas. El porcentaje de adsorción de agua se calculó utilizando la siguiente ecuación:

$$\% \text{ p/p absorción de agua} = \frac{\text{peso de agua sorbida}}{\text{peso de la fibra}} \times 100$$

Donde:

- **% p/p de absorción de agua:** Es el porcentaje en peso de agua que la fibra absorbe después de estar inmersa en agua destilada.
- **Peso de agua absorbida:** Es la diferencia entre el peso inicial de la fibra contra el peso después de la inmersión en agua.
- **Peso de la fibra:** Es la cantidad de fibra en cuestión.

Después de realizar el pesado, las fibras húmedas se secaron a la intemperie. El cambio en peso de las muestras fue monitoreado cada 24 horas hasta obtener un valor de peso constante, esto con el objetivo de calcular el

porcentaje en peso de agua remanente en las fibras después de la desorción de agua con respecto al peso de la fibra húmeda, el cálculo se realizó mediante la siguiente ecuación:

$$\% \text{ de retención de agua} = \frac{\text{peso de agua retenida}}{\text{peso de agua adsorbida}} \times 100$$

Donde:

- **% de retención de agua:** Es la relación existente entre el agua inicialmente sorbida y el agua que finalmente quedó retenida en la estructura fibrilar.
- **Peso de agua absorbida:** Es la cantidad de agua que, después de una inmersión en agua destilada y posterior escurrimiento, queda ocluida entre las fibras.
- **Peso de agua retenida:** Cantidad de agua que la fibra conserva a pesar de estar expuesta al medio ambiente.

2.3.2.2. PORCENTAJE DE HUMEDAD

Para determinar el porcentaje de humedad que presentan las fibras estudiadas, se puso a secar una cantidad determinada de fibras a 105°C durante 2 horas. Transcurrido este tiempo, se dejaron enfriar las fibras dentro de un desecador y, posteriormente, fueron pesadas. Estas fibras fueron calentadas nuevamente a 105°C por 20 minutos, después se dejaron enfriando dentro de un desecador y se pesaron, este procedimiento se repitió hasta que el peso de las fibras varió 1 mg o menos. El porcentaje de humedad se calculó mediante la siguiente ecuación:

$$\% \text{ de humedad} = \frac{\text{peso inicial} - \text{peso final}}{\text{peso inicial}} \times 100$$

Donde:

- **% de humedad:** es la cantidad de agua que contiene la fibra.

- Peso inicial: es el peso de la fibra en condiciones ambiente.
- Peso final: es el peso de las fibras después de haber sido desecadas.

2.3.3. MICROSCOPIA ÓPTICA

Las propiedades morfológicas de las fibras y materiales compuestos fueron estudiadas mediante la técnica de microscopía óptica para lo cual fue empleado un microscopio óptico Carl Zeiss modelo Observer.Z1m. Las imágenes de las muestras fueron obtenidas a diferentes magnificaciones según el diámetro de las fibras.

Para las fibras vegetales, se observó a la misma fibra antes y después del tratamiento químico, para poder tener un parámetro de referencia del antes y el después de la modificación fisicoquímica. Para su correcta observación, se montaron en portaobjetos de manera tensada, sin afectar con ello su integridad.

Para la observación de la zona de la fractura en las probetas de MCME reforzadas con fibras vegetales, se sujetaron en la base del microscopio y se hizo un barrido a lo largo de la zona de falla, en búsqueda de agrietamiento, fibras desprendidas de la matriz, fibras con restos de matriz adherida y demás hallazgos de interés para este trabajo.

2.3.4. DETERMINACIÓN DEL PESO ESPECÍFICO Y DENSIDAD ESPECÍFICA

Para efectos comparativos de los materiales elaborados en el presente trabajo con materiales existentes o en desarrollo, se procedió a hacer un muestreo aleatorio entre las diferentes placas, de forma tal que se seccionaron, se midieron y se pesaron múltiples muestras de cada variante de los materiales elaborados para realizar el análisis de peso específico y densidad específica.

2.3.5. ENSAYOS MECÁNICOS

La importancia de estos ensayos estriba en que mediante ellos se pueden obtener parámetros tales como el módulo de elasticidad a la tensión o a la flexión,

módulo de Poisson, esfuerzo máximo a la tensión, esfuerzo máximo a la flexión, etcétera. Parámetros que describen ingenierilmente a un material, y con los cuales se puede determinar sus posibles aplicaciones en un futuro.

2.3.5.1. ENSAYO MECÁNICO A LA TENSIÓN

Para la manufactura de las probetas para el ensayo a tensión se empleó la norma ASTM D3039/D3039M-08, En la figura 2.2 se puede observar un esquemático de la probeta manufacturada, la cual requirió unas dimensiones de 25 mm de ancho, 250 mm de largo y 3 mm de espesor. Debido a las características de nuestro material, se decidió añadir tabletas de sujeción en los extremos de las probetas, dichas tabletas de sujeción fueron elaboradas con aluminio 2024 y medían 25 mm de ancho, 25 mm de largo y 1.59 mm de espesor.

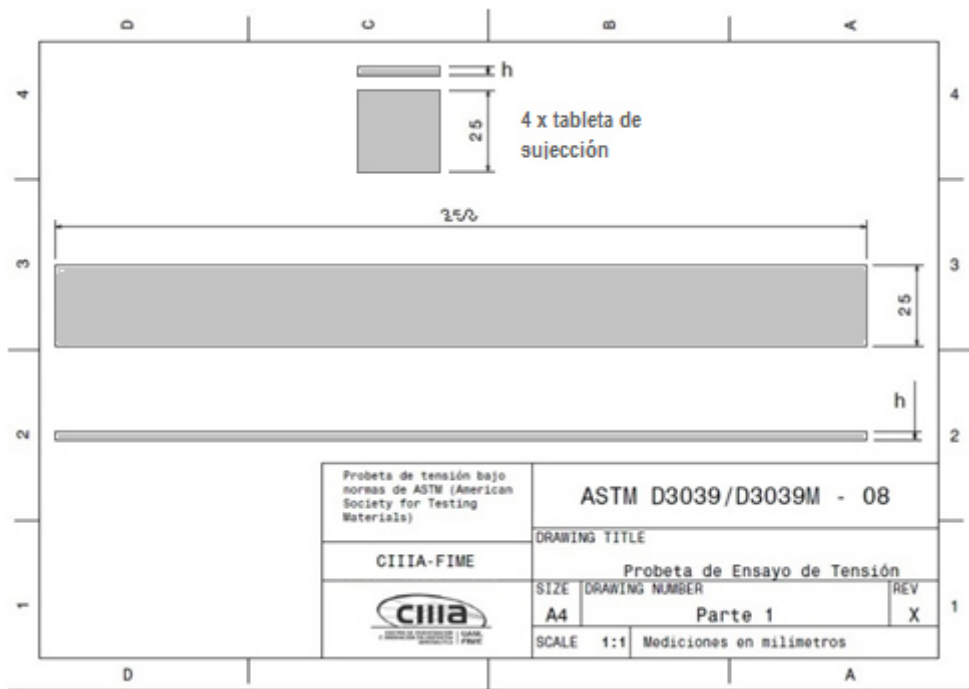


Figura 2.2. Probeta de Ensayo de tensión.

Para cortar las probetas se requirió de una cortadora de disco de diamante, dicho corte se realizó en seco y a una velocidad promedio de $1\text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$ para evitar calentamiento y rupturas en el corte.

La caracterización mecánica de los materiales compuestos reforzados con fibras naturales, se llevó a cabo utilizando una maquina universal MTS, modelo Landmark de 250 kN de capacidad máxima. La velocidad empleada en las pruebas fue de 2 mm/min, todo esto conforme a lo establecido en la norma ASTM D3039/ D3039M-08.

Antes de comenzar cada prueba, se midieron las probetas con un vernier digital Mitutoyo modelo 500-196-30, para ingresar los datos exactos de ancho, largo y espesor de cada probeta en particular en el software de la máquina universal.

Con la finalidad de realizar un análisis estadístico de los resultados y evaluar la reproducibilidad de los resultados obtenidos, los ensayos de las muestras fueron realizados por triplicado.

2.3.5.2. ENSAYO A LA FLEXIÓN DEL TIPO 3 PUNTOS.

Los ensayos a flexión combinan esfuerzos a tensión y a compresión, como se observa en la figura 2.3, de ahí la importancia de evaluar los materiales en estas condiciones, ya que, por ejemplo, los MCME reforzados con fibra de carbono, se sabe que no trabajan bien bajo esfuerzos cortantes de cizalla, pero si bajo esfuerzos por momentos flectores.

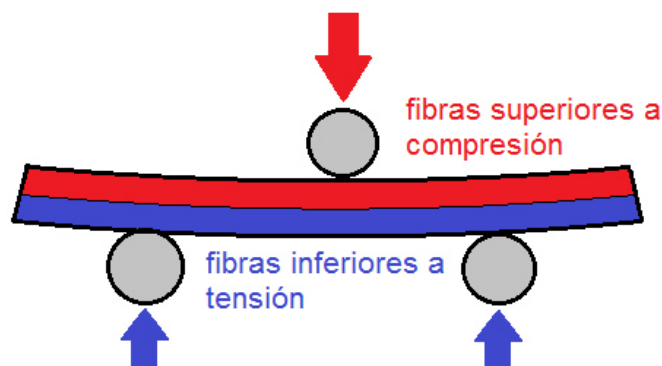


Figura 2.3. Esfuerzos a tensión y compresión que tienen lugar durante un ensayo a flexión del tipo 3 puntos.

Para obtener el módulo de elasticidad y el esfuerzo máximo de los materiales sometidos a esfuerzos de flexión tipo 3 puntos se cortaron probetas bajo los requerimientos de la norma ASTM D790M. Las cuales tenían una longitud de 50 mm, un ancho de 25 mm y un espesor de 2 a 3.5 mm según el tipo de fibra a emplear. El corte de las probetas se hizo con chorro de agua. Esta caracterización se llevó a cabo de acuerdo a lo establecido en la norma ASTM-D790M.

CAPÍTULO 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En este capítulo se presentan los resultados obtenidos de la experimentación descrita en el capítulo anterior, así como también el análisis de cada uno de estos resultados, convirtiendo los datos en información que sea de utilidad para evaluar la pertinencia de llevar a cabo tratamientos químicos como una forma de mejorar significativamente las propiedades de los materiales compuestos en cuestión.

3.1. TRATAMIENTO QUÍMICO DE LAS FIBRAS NATURALES

Primeramente, se procedió a efectuar una matriz de experimentación en donde se evaluó el efecto de diferentes agentes químicos sobre la superficie de las fibras naturales de coco; como variables de estudio se estudió el efecto de la concentración de los agentes modificadores y el tiempo de exposición de las fibras. Por ello, se determinó la pérdida de peso de las fibras, parámetro que indirectamente proporciona información acerca del nivel de modificación física de las fibras.

Los agentes modificantes utilizados para el estudio fueron: lauril sulfato de sodio ($C_{12}H_{25}NaO_4S$), hidróxido de sodio (NaOH) e hipoclorito de sodio (NaClO). La figura 3.1 muestra la pérdida en peso obtenida para las fibras de coco después de la exposición a diversas concentraciones de los agentes modificantes y tiempos de reacción.

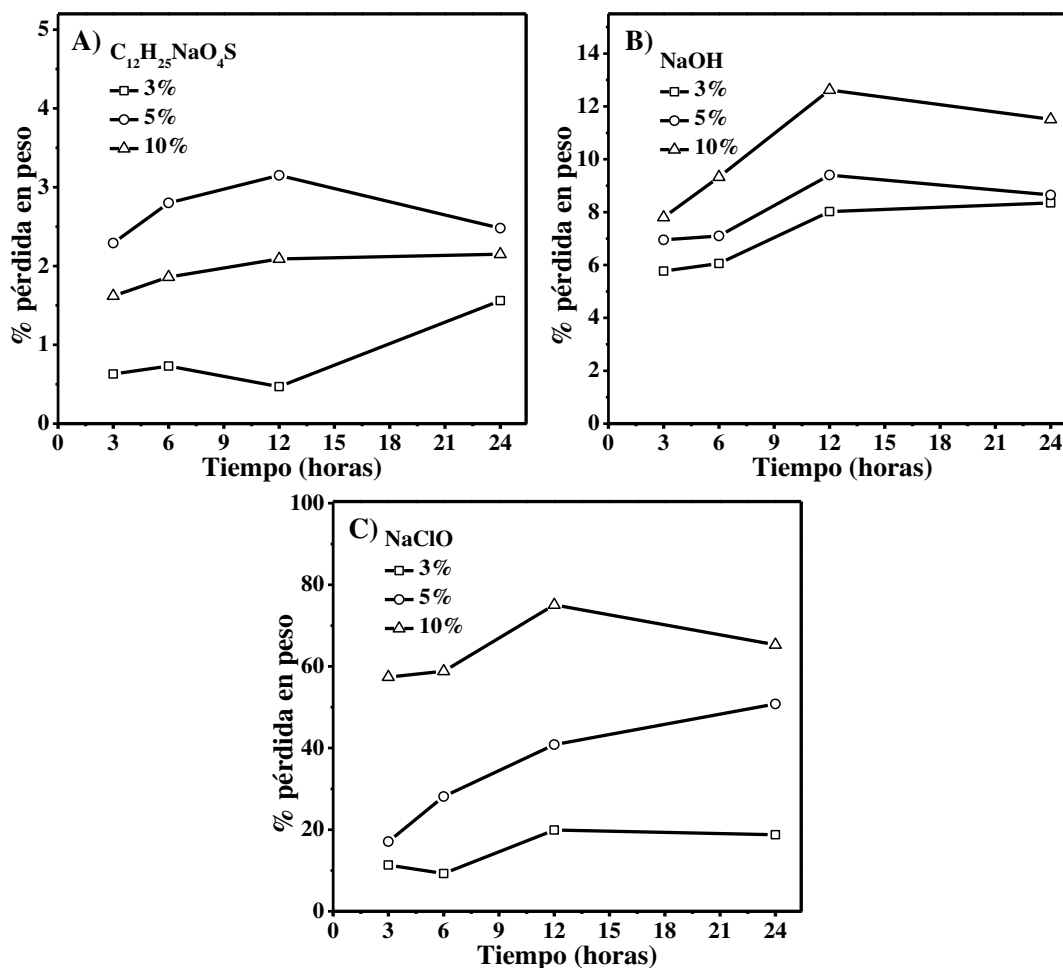


Figura 3.1. Pérdida en peso de las fibras de coco después del tratamiento químico con diversos compuestos químicos a diferentes concentraciones y tiempo de exposición: a) $C_{12}H_{25}NaO_4S$, b) NaOH y c) NaClO.

La figura 3.1a muestra que la pérdida en peso de las fibras de coco después de transcurridas 24 horas de exposición en disoluciones de lauril sulfato de sodio al 3, 5 y 10 %p/p fue de 1.5, 1.9 y 2.3 %, respectivamente. Asimismo, las curvas obtenidas revelan que no fue significativa la pérdida en peso de las fibras de coco a tiempos cortos de exposición (3h).

Un efecto contrario fue observado para las fibras de coco después de transcurridas 24 horas de exposición en las disoluciones de NaOH al 3, 5 y 10 %p/p, véase figura 3.1b. Los resultados obtenidos muestran que la pérdida en peso de las fibras fue mayor al de las fibras expuestas a las disoluciones de

diferente concentración de surfactante. Asimismo, revelan que la pérdida en peso presentó una correlación entre la concentración utilizada de NaOH y tiempo de exposición.

Un comportamiento similar fue observado para las fibras de coco expuestas durante diversos tiempos a disoluciones de diferente concentración de NaClO, véase figura 3.1c. Sin embargo, los porcentajes obtenidos para las fibras después de transcurridas 24 horas de exposición ponen en evidencia que la pérdida en peso de las fibras fue mucho mayor al de las fibras expuestas a NaOH.

Los tratamientos químicos realizados a las fibras de coco revelaron que de manera general la pérdida en peso de las fibras siguió el siguiente comportamiento: $\text{NaClO} \geq \text{NaOH} \geq \text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{NaO}_4\text{S}$. Además, los resultados ponen en evidencia que las fibras sufrieron una menor pérdida en peso después de transcurridas 3h de exposición en disoluciones al 3%p/p de los agentes modificadores. Dicho comportamiento puede ser asociado con el grado de descomposición de las fibras.

En la figura 3.2 se muestra la estructura típica que presentan las fibras de celulosa, así como los principales compuestos que la conforman.

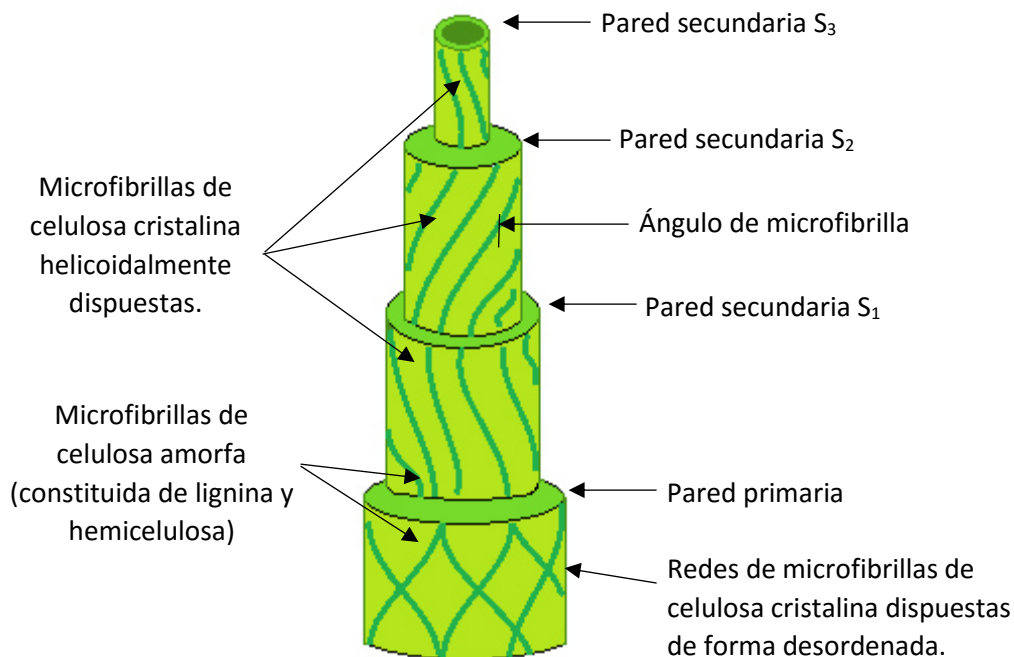


Figura 3.2. Estructura de las fibras naturales y distribución de los tres constituyentes principales.

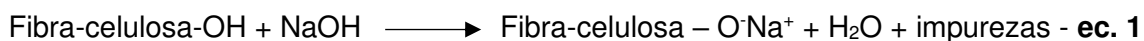
El tratamiento químico realizado con los diversos agentes modificadores pudo conducir a la remoción de alguno de los tres constituyentes principales de las fibras naturales: lignina, hemicelulosa y celulosa. Lo cual provocó cambios físicoquímicos en las fibras, los cuales condujeron a la pérdida en peso de las mismas.

Para el caso de los tratamientos químicos realizados en medios acuosos ácidos de NaClO, es posible que se forme el ácido hipocloroso (HClO), con el que pueden ocurrir reacciones de oxidación que favorecen la formación de ClO. Así, el ClO formado puede reaccionar con los constituyentes externos de las fibras de coco, lignina y hemicelulosa y, con ello, propiciar su remoción de las fibras [29, 40]

Mientras que para el caso de los tratamientos químicos en los que se usó NaOH como agente modificador, la pérdida de material puede ser asociada a cambios ocurridos en la estructura molecular de la celulosa [13, 20, 21, 24]. Lo cual permite que cambie la orientación cristalina de la celulosa altamente

compactada en la estructura interna de las fibras, formando así, regiones de celulosa amorfa.

Con esto es posible que haya una mayor facilidad en la penetración de los agentes modificadores, debido a que las moléculas de celulosa en la región amorfa están separadas a grandes distancias y los espacios son llenados por moléculas de agua, lo cual genera que se rompa el enlace $-OH$ de los grupos alcalinos hidroxilo presentes entre las moléculas y éstos, posteriormente, reaccionan con las moléculas de agua y se remueven de la fibra. En consecuencia, las moléculas reactivas que permanecen forman enlaces fibra-celulosa-O-Na entre las cadenas de las moléculas de celulosa, como se muestra en la siguiente reacción:



Es así como los grupos hidroxilo, que son hidrofílicos, son reducidos y, por lo tanto, se incrementa la resistencia de las fibras a la humedad. También en el proceso se remueve una parte de hemicelulosa, lignina, pectina, cera y aceite que se encuentran recubriendo el material [12, 24].

Para el caso del lauril sulfato de sodio, se ha reportado que con concentraciones menores al 10% y tiempos menores a 24 horas, existe una remoción de pectina y lignina menores que con tratamientos a base de NaOH en las paredes de la fibra. También se ha reportado que el incremento en el esfuerzo a la tensión es mayor que con otros tratamientos debido a que es un tratamiento con menor pH y por consiguiente es menos agresivo. Esto también conlleva a un aumento en la ductilidad de la superficie de las fibras [33, 35, 36].

Con base a los resultados obtenidos se determinó exponer a las fibras con agentes a un 3% p/p de concentración y durante un tiempo de 3 h, ya que las curvas de pérdida de peso mostraron una clara tendencia de que la degradación de las fibras posterior a estos valores aumenta de manera significativa.

3.2. ESPECTROSCOPIA DE INFRARROJO

La funcionalización y/o la modificación superficial de las fibras de coco, yute y henequén mediante el empleo de lauril sulfato de sodio, hidróxido de sodio e hipoclorito de sodio, implica la reacción de estas soluciones con los compuestos constituyentes de las fibras, lo cual conduce a alteraciones en la estructura molecular de las mismas. Así que, con el propósito de estudiar dicho efecto, se llevó a cabo el análisis molecular de las fibras expuestas a los agentes químicos mediante la técnica de espectroscopía de infrarrojo.

En la figura 3.3 se muestran los espectros de absorción infrarrojo de la serie de muestras de las fibras de coco expuestas a diversas concentraciones de lauril sulfato de sodio y tiempos de reacción, así como los de las fibras sin exposición.

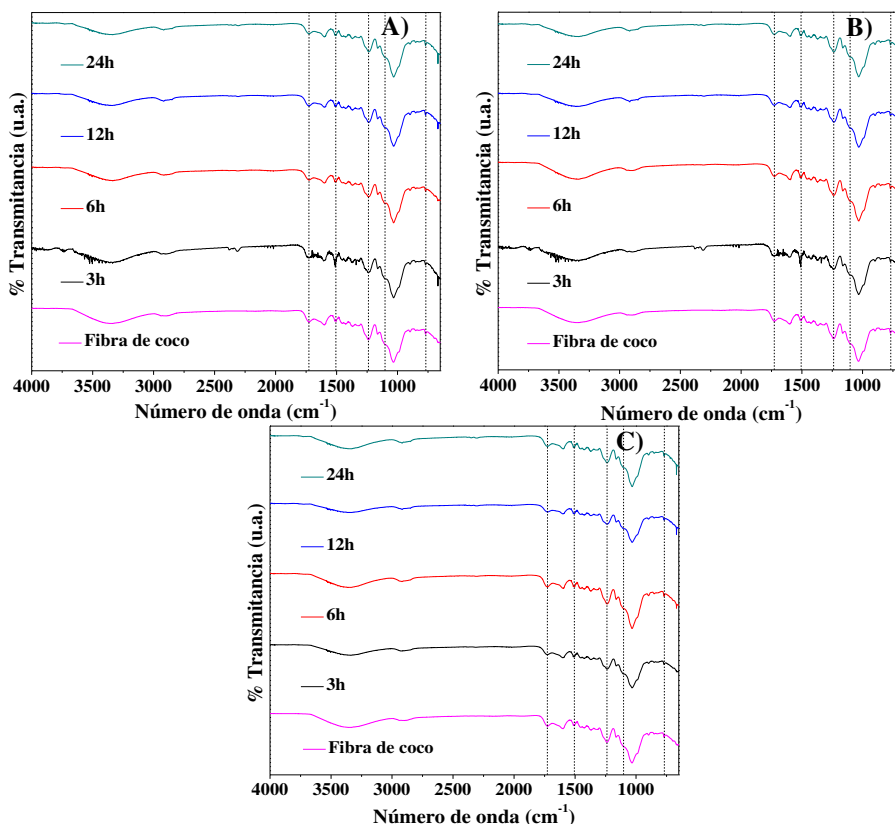


Figura 3.3. Espectros de IR de las fibras de coco expuestas a lauril sulfato de sodio a diversas concentraciones: A) 3 %p/p, B) 5 %p/p y C) 10 %p/p.

Los espectros obtenidos muestran que no existieron cambios en las bandas de absorción características de las fibras de coco después de realizar los tratamientos. Por lo que es posible decir que la modificación realizada con lauril sulfato de sodio no provocó cambios sustanciales en la estructura de las moléculas que conforman su superficie.

Por el contrario, los espectros de IR obtenidos para las muestras tratadas con NaOH a diferentes concentraciones y tiempos de exposición indicaron que hubo cambios en las bandas de absorción de las fibras con respecto a las fibras sin tratamiento químico, véase figura 3.4.

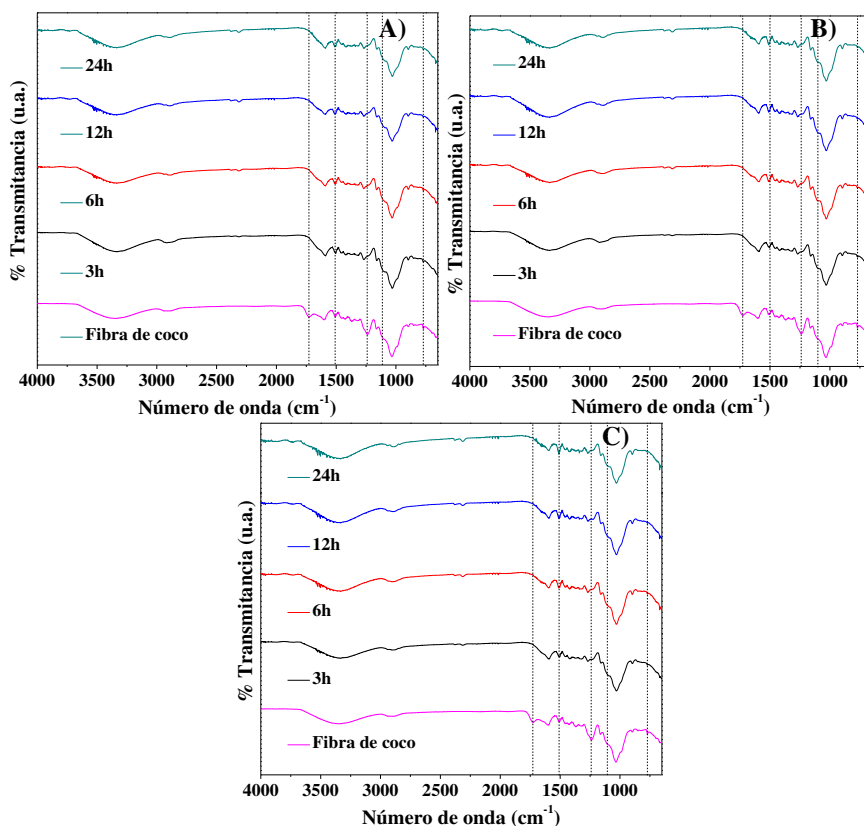


Figura 3.4. Espectros de IR de las fibras de coco expuestas a hidróxido de sodio a diversas concentraciones: A) 3 %p/p, B) 5 %p/p y C) 10 %p/p.

La banda de absorción a 1737 cm^{-1} presente en las fibras de coco sin tratar y atribuida a los grupos acetil y urónico éster de la hemicelulosa y/o al grupo éster del grupo carboxílico del ácido ferúlico o p-coumerico de la lignina o hemicelulosa,

desapareció después de realizados los tratamientos. Así mismo, se detectó que las bandas de absorción de estiramiento del enlace C=C del anillo aromático de la lignina, ubicadas a 1507 cm^{-1} y 1436 cm^{-1} , no mostraron cambio alguno. Sin embargo, la intensidad de la banda ubicada a 1240 cm^{-1} correspondiente a la hemicelulosa presentó una disminución significativa después de realizados los tratamientos químicos con NaOH a las diversas concentraciones, lo cual indica que existió una remoción parcial del contenido de hemicelulosa en las muestras. Además, es posible observar que en las muestras tratadas un aumento en la intensidad de la banda de absorción a 896 cm^{-1} , correspondiente al enlace glucosídico en la celulosa. Siendo esto atribuido a un aumento en el contenido total de celulosa en las fibras.

En la figura 3.5 se muestran los espectros de IR de las fibras de coco tratadas con NaClO a diversas concentraciones y tiempos de exposición.

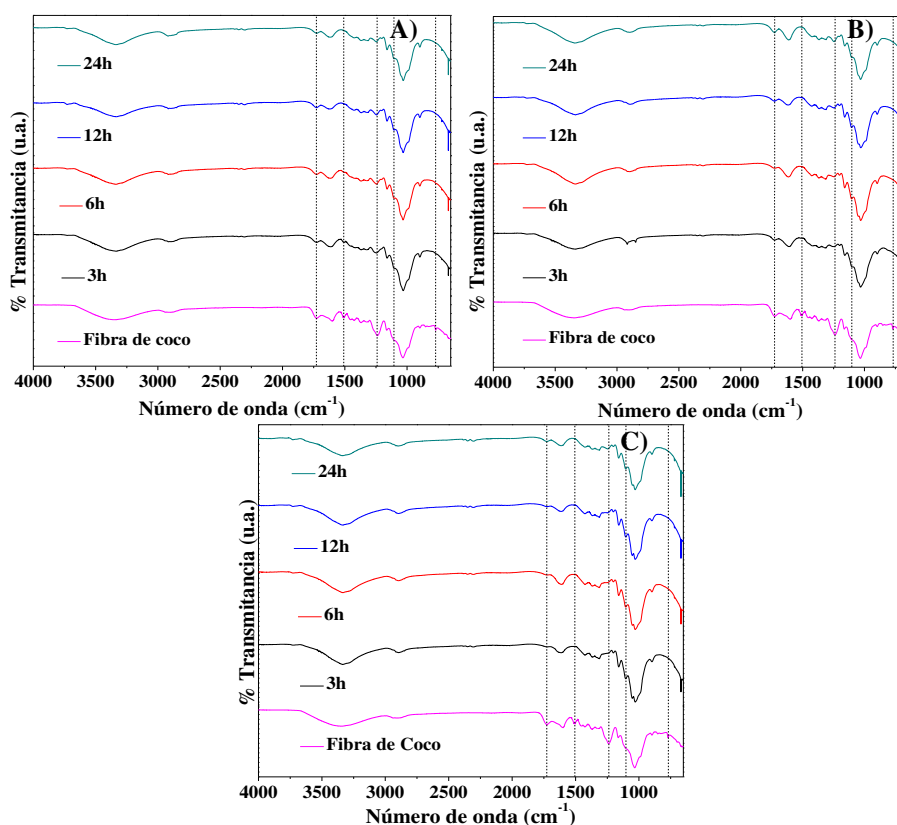


Figura 3.5. Espectros de IR de las fibras de coco expuestas a hipoclorito de sodio a diversas concentraciones: A) 3 %p/p, B) 5 %p/p y C) 10 %p/p.

Los resultados obtenidos muestran que las fibras presentaron cambios estructurales similares a las fibras expuestas a NaOH. Sin embargo, en este caso la banda de absorción de estiramiento del enlace C=C del anillo aromático de la lignina, ubicada a 1507 cm^{-1} , a bajas concentraciones (3 %p/p) desapareció después de transcurridas 12 horas de exposición. Mientras que las muestras expuestas a mayores concentraciones (5 y 10 %p/p) esta banda desapareció después de 3 horas, por lo que queda en evidencia que el uso de concentraciones mayores al 3 %p/p afectó de manera significativa la estructura molecular de la lignina.

Con base a los resultados obtenidos con los diversos tratamientos efectuados en las fibras de coco de acuerdo a la matriz experimental de la tabla 2.1, se determinó que el tratamiento con hipoclorito de sodio no se aplicaría en las fibras de yute y henequén por ser un tratamiento agresivo que degradó a los compuestos de la celulosa cristalina, la cual es de suma importancia en el desempeño mecánico de las fibras.

Como ya se trató en el capítulo I, las fibras vegetales son conformadas por una mezcla heterogénea de componentes, que a groso modo, se pueden definir como un material compuesto, en donde la matriz es una mezcla suave de lignina y hemicelulosa principalmente, y el refuerzo son cadenas rígidas de celulosa. Cabe destacar que también se encuentran presentes algunos otros compuestos, como las pectinas, que determinan la porosidad de las paredes de las fibras, y ceras y aceites, que aportan en menor medida a las propiedades mecánicas de la fibra, pero no así sus propiedades fisicoquímicas.

Los tratamientos químicos realizados en la presente investigación tuvieron un efecto de modificación fisicoquímica en la superficie de las fibras, removiendo de forma total o parcial a la hemicelulosa y a la lignina en el caso de las fibras tratadas con NaOH y NaClO. Caso contrario de las fibras tratadas con lauril sulfato de sodio, en donde no fue posible detectar que existió una degradación significativa en la estructura primaria de las fibras, sino que solamente se observó

una disminución en la intensidad de la banda correspondiente a las ceras de las fibras.

La estructura molecular de la hemicelulosa y la lignina, específicamente los grupos hidroxilos que contienen sus cadenas poliméricas, son responsables del comportamiento hidrofílico de éstas. De ahí que la degradación de estos componentes y la funcionalización, en el caso del tratamiento con NaOH, puede propiciar un cambio en su afinidad hidrofílica, promoviendo una mejor interacción con la matriz epóxica de naturaleza hidrofóbica.

En diversos trabajos en la literatura se ha reportado que a pesar de estas posibles ventajas producto de la modificación y/o funcionalización de la estructura molecular de la hemicelulosa y la lignina, al desaparecer parte de estos, se está afectando a la “matriz” que conjunta al material compuesto que en un todo conforma a la fibra. Karthikeyan y colaboradores reportaron en 2012 que al ocurrir esta degradación en los elementos conglomerantes, la adhesión intercelular que existe en las fibras puede verse afectada, y con ello disminuir el desempeño mecánico de éstas [33, 36].

Thiruchitrambalam y colaboradores reportaron en 2009 que el desempeño mecánico de los MCME reforzados con fibras vegetales depende de la resistencia de las fibras, la resistencia de la matriz y de la adhesión entre las fibras y la matriz. De aquí la importancia de la adhesión intercelular en las fibras, ya que si ésta se ve deteriorada, el desempeño mecánico de las fibras impactará en el desempeño mecánico del material compuesto, a pesar de que la matriz tenga buena adherencia con las fibras de refuerzo [35].

Ante esta disyuntiva de beneficios y perjuicios de la modificación y/o funcionalización superficial de las fibras, surge otra opción, la del tratamiento de las fibras con lauril sulfato de sodio, opción que, fundamentados en el análisis de pérdida másica y del FTIR, se puede considerar como menos agresiva y supone una alternativa a los tratamientos convencionales ácidos y básicos que se han empleado hasta el día de hoy con la finalidad de mejorar la afinidad de las fibras con matrices epóxicas [33, 35, 36].

3.3. DETERMINACIÓN DE LA ADSORCIÓN Y RETENCIÓN DE AGUA, Y PORCENTAJE DE HUMEDAD EN LAS FIBRAS.

La humedad presente en las fibras de refuerzo de cualquier material compuesto de matriz epóxica impacta de forma negativa al desempeño mecánico de éste. De ahí la importancia de conocer la humedad, la capacidad de adsorción y retención de agua de las fibras.

3.3.1. ADSORCIÓN Y DESORCIÓN DE AGUA

Con el propósito de evaluar las propiedades hidrofílicas de las fibras de yute, coco y henequén, antes y después de los tratamientos químicos, se realizaron estudios de adsorción y desorción de agua. Los porcentajes de adsorción y desorción de agua de las fibras después de 48 h de exposición se muestran en la tabla 3.1.

Tabla 3.1. Porcentaje de adsorción y retención de agua de las fibras estudiadas con 48 h de exposición en agua.

Fibra	Tratamiento	Agua adsorbida (%)	Agua no desorbida (%)
Coco	Sin tratamiento	121	0.8
	NaOH	192	0.1
	NaClO	227	0.00
	LSS	185	0.96
Yute	Sin tratamiento	528	0.34
	NaOH	767	0.14
	NaClO	869	0.04
	LSS	870	0.11
Henequén	Sin tratamiento	249	1.52
	NaOH	325	0.10
	NaClO	234	0.19
	LSS	237	0.02

La adsorción de agua en las fibras después de haber sido tratadas con NaOH, NaClO y LSS varió de forma significativa entre las fibras de coco, yute y henequén, esto debido a su naturaleza, ya que, a pesar de que los componentes primarios de las fibras son la hemicelulosa, lignina y celulosa, los porcentajes de cada uno de estos constituyentes es variable, siendo el mayor porcentaje de celulosa uno de los factores más significativos en cuanto al incremento de adsorción de agua [30]. Aunado a esto, los elementos que están presentes en menor proporción, tales como los aceites y las ceras, juegan un papel significativo en la interacción agua–fibra.

De acuerdo a los resultados conjuntados en la tabla 3.1, respecto al agua adsorbida, se puede observar claramente que la tendencia fue que el porcentaje en peso de agua adsorbida en todas las fibras que fueron tratadas es mayor que el de las fibras sin tratamiento.

En la literatura ha sido reportado que existe adsorción de agua por medio capilar intrafibrilar, ya que la región central de las fibras vegetales, en mayor o menor medida, es hueca y tiende a presentar dicho efecto [30]. Esto se puede constatar con la diferencia de adsorción de agua entre el yute y el henequén, siendo menor la adsorción de agua en las fibras de henequén, las cuales tienen una estructura más compacta que las fibras de yute [28]. Aunado a esto, la remoción de lignina y hemicelulosa, elementos aglutinantes de las fibrillas, puede propiciar al incremento de cavidades en la superficie de las fibras y un incremento del tamaño de la cavidad central de las fibras, aumentando la cantidad de agua que puede adsorber la fibra en sus intersticios.

Durante el desarrollo de la experimentación, fue notorio un efecto de acumulación de agua entre las fibras, efecto debido a la tensión superficial del agua. Dicho efecto tuvo mayor presencia mientras la distancia entre una fibra y otra fue menor, así como también se incrementó si el diámetro de la sección transversal de las fibras fue menor. En la figura 3.6 se presenta un esquemático que hace alusión a este efecto que impactó de manera significativa a la cantidad de agua que contenían las muestras después de haber sido inmersas en agua.

Debido a esto, resulta coherente que las fibras delgadas hayan presentado una mayor adsorción de humedad, aunque un gran porcentaje de esta agua haya quedado en las regiones interfibrilares, y no en las regiones intrafibrilares. La forma en que se respalda esta conjetura es que las fibras de coco son más gruesas que las de henequén y estas a su vez son más gruesas que las de yute y en dicho orden se observó este efecto de adsorción por cohesión del agua, aparte de que el impacto fue tal, que en dicho orden se presentó la adsorción total de agua.

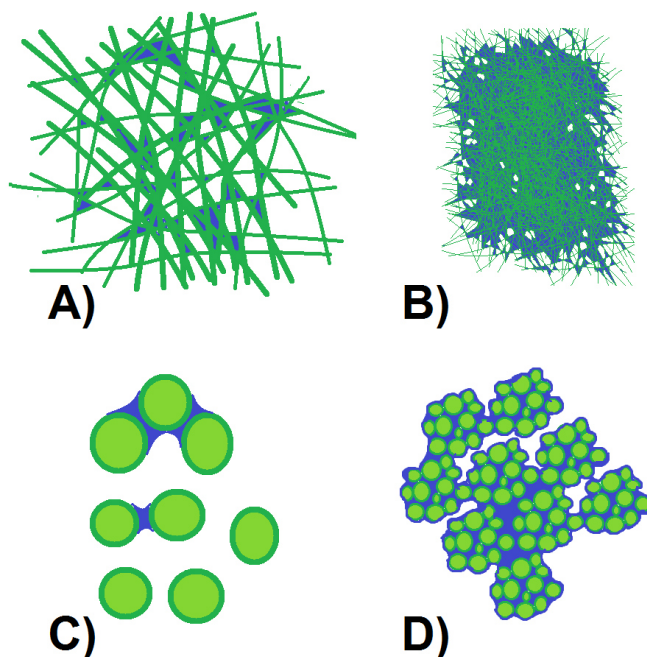


Figura 3.6. Acumulación de agua interfibrilar. A) Acumulación de agua en fibras gruesas. B) Acumulación de agua en fibras delgadas. C) Representación microscópica de la acumulación de agua en fibras gruesas por tensión superficial. D) Representación microscópica de la acumulación de agua en las fibras delgadas por tensión superficial.

3.3.2. PORCENTAJE DE HUMEDAD

La adsorción de agua en las fibras naturales es una propiedad fundamental que puede limitar su empleo en la fabricación de materiales compuestos de matriz epóxica, ya que las resinas epóxicas tienden a interactuar negativamente con ésta.

Con la finalidad de evaluar el efecto de los tratamientos químicos sobre la cantidad de agua existente en las fibras de coco, yute y henequén, se determinó el porcentaje de humedad de las fibras, véase tabla 3.2.

Tabla 3.2. Porcentaje de humedad de las fibras de coco, yute y henequén.

Fibra	Tratamiento	Humedad (%)
Coco	Sin tratamiento	9.24
	NaOH	10.55
	NaClO	10.17
	LSS	9.34
Yute	Sin tratamiento	11.36
	NaOH	9.06
	NaClO	10.29
	LSS	9.71
Henequén	Sin tratamiento	11.39
	NaOH	9.00
	NaClO	10.02
	LSS	9.57

En la literatura ha sido ampliamente estudiado que la humedad disminuye la temperatura de transición vítrea T_g de la resina epóxica, y aminora la resistencia a los esfuerzos a la tensión de los materiales compuestos que la contienen [25, 27, 32]. El agua sorbida por las cadenas cruzadas de los polímeros puede ser atraída hacia regiones hidrofílicas mediante la ruptura del enlace C-H reduciendo la atracción intersegmental [26].

Las fibras de coco mostraron un mayor porcentaje de humedad después de haber sido tratadas químicamente, en un orden de un 0.78% en promedio. Caso contrario a lo sucedido con las fibras de yute y henequén, las cuales, después de haber sido expuestas a los tratamientos químicos, redujeron el porcentaje de humedad contenida en ellas, en un 1.7% y 1.9% en promedio respectivamente.

En las fibras tratadas con hidróxido de sodio e hipoclorito de sodio, los resultados obtenidos se pueden explicar debido a la modificación de la cadena molecular de la superficie de las fibras, mediante la funcionalización de grupos $-OH$ que tienden a interactuar con la humedad del medio ambiente [28]. En las fibras tratadas con lauril sulfato de sodio también se observó una disminución en la cantidad de humedad presente en ellas, este efecto puede ser atribuido a la eliminación de ceras y/o grasas en la pared de las fibras naturales, así como a la remoción parcial de lignina y celulosa amorfa, de acuerdo a lo reportado por Karthikeyan y colaboradores en el 2013.

3.4. MICROSCOPIA ÓPTICA DE FIBRAS

El estudio de microscopía óptica llevado a cabo se realizó con el propósito de estudiar los cambios ocurridos en la superficie de las fibras después de los tratamientos químicos.

En la figura 3.7 se muestran las micrografías a 50X de las fibras de coco antes y después de los tratamientos con NaOH, LSS y NaClO.

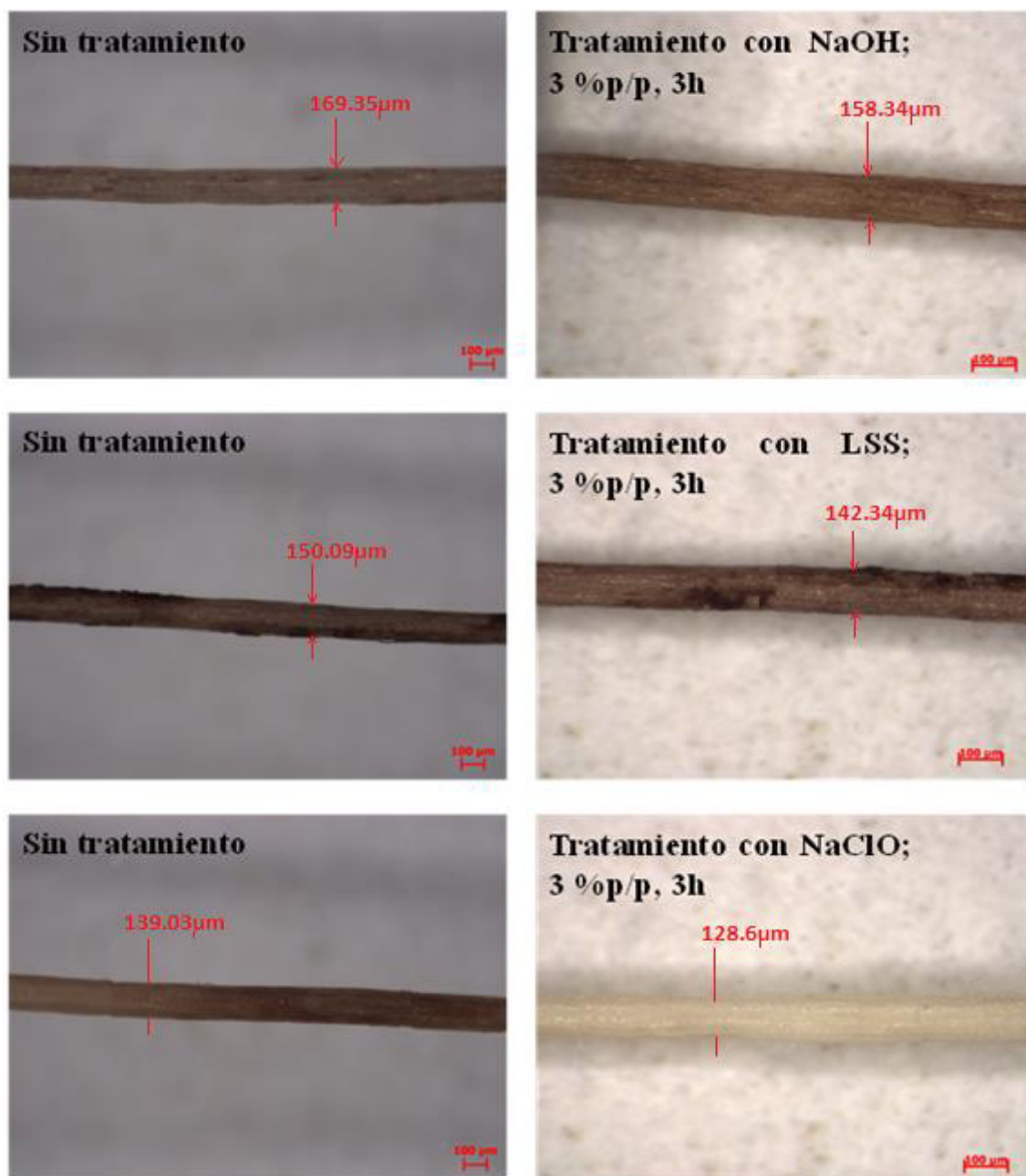


Figura 3.7. Micrografías a 50X de las fibras de coco tratadas bajo diferentes reactivos.

El análisis de las imágenes adquiridas de las fibras de coco antes de ser sometidas a los tratamientos químicos muestra que las fibras presentaron un diámetro promedio de 157.06 µm. El cual resultó ser mayor que el obtenido para las fibras tratadas, 106.75 µm.

Las imágenes obtenidas para las fibras después de ser tratadas químicamente revelan que la morfología de las fibras presentó cambios en el diámetro de éstas, los cuales fueron significativos para todas las fibras tratadas con disoluciones de NaOH, NaClO y LSS. Estas fibras presentaron una reducción de diámetro con respecto a los diámetros iniciales de 32.6, 33.2 y 30.3%, respectivamente.

El comportamiento observado en los diámetros de las fibras puede ser explicado en función de los cambios moleculares que se producen en los componentes principales de las fibras naturales. Lo cual muestra una correlación con los resultados obtenidos de la caracterización realizada por espectroscopía de IR, debido a que éstos demostraron que la estructura molecular de las fibras de coco sufrió cambios a consecuencia de su exposición en disoluciones de NaOH y NaClO. Mientras que las fibras tratadas con LSS no se observaron cambios en su composición molecular, el cambio en el diámetro de las fibras después del tratamiento químico puede ser correlacionado a la pérdida de componentes secundarios, tales como pectinas, ceras y aceites [33, 35, 36].

Otro punto a destacar es que entre las fibras de coco sin tratamiento y las que fueron tratadas con LSS hubo un ligero cambio en la tonalidad del color café de la superficie. El cambio de coloración puede ser asociado a la remoción parcial de pectina, ácidos grasos y cerúmenes de la superficie de las fibras [33].

Para las fibras de coco tratadas con la solución de hidróxido de sodio al 3% p/p durante 3 horas, véase figura 3.7, se observó un incremento en la rugosidad de la superficie de las fibras, lo cual se debe a la remoción parcial de lignina, hemicelulosa y pectina de las paredes de la fibra que generan cavidades y discontinuidades en esta región [20].

Diversos grupos de investigación han reportado que es importante evaluar el impacto de la remoción de lignina y hemicelulosa, ya que en altas proporciones puede tener un efecto contrario al deseado, aminorando así el desempeño mecánico de éstas al trabajar como refuerzo en materiales compuestos [14, 24].

La figura 3.7 muestra las imágenes correspondientes a las fibras de coco tratadas con una solución de NaClO al 3%p/p durante 3 horas. Los resultados obtenidos revelaron que las fibras presentaron una decoloración significativa, así como un cambio morfológico en sus paredes.

El cambio de color observado en las fibras puede ser atribuido a la oxidación desde los grupos carbonilos ($C=O$) hacia los grupos carboxilos ($COOH$), proceso durante el cual se libera oxígeno y también se liberan a los grupos hidroxilos (OH) por reducción. Como consecuencia de estas reacciones, el grupo cromóforo se alteró y las fibras perdieron su tonalidad original al oxidarse mediante el oxígeno liberado, conduciendo a la decoloración de las fibras a tonos más claros [29].

Los resultados observados pueden relacionarse con la pérdida de peso que presentaron las fibras después de haber sido tratadas con hidróxido de sodio, hipoclorito de sodio y lauril sulfato de sodio.

En la figura 3.8 se puede observar las micrografías correspondientes a las fibras de yute. Respecto a su morfología, las fibras de yute empleadas presentaron un diámetro promedio de sección transversal de $88.3\ \mu m$, mientras la reducción promedio en diámetro fue de 18, 17 y 4% para las fibras tratadas con NaOH, NaClO y LSS, respectivamente.

Para estas fibras, originarias de la penca de yute, los tratamientos químicos les indujeron efectos que siguieron los mismos patrones descritos en las fibras de coco.

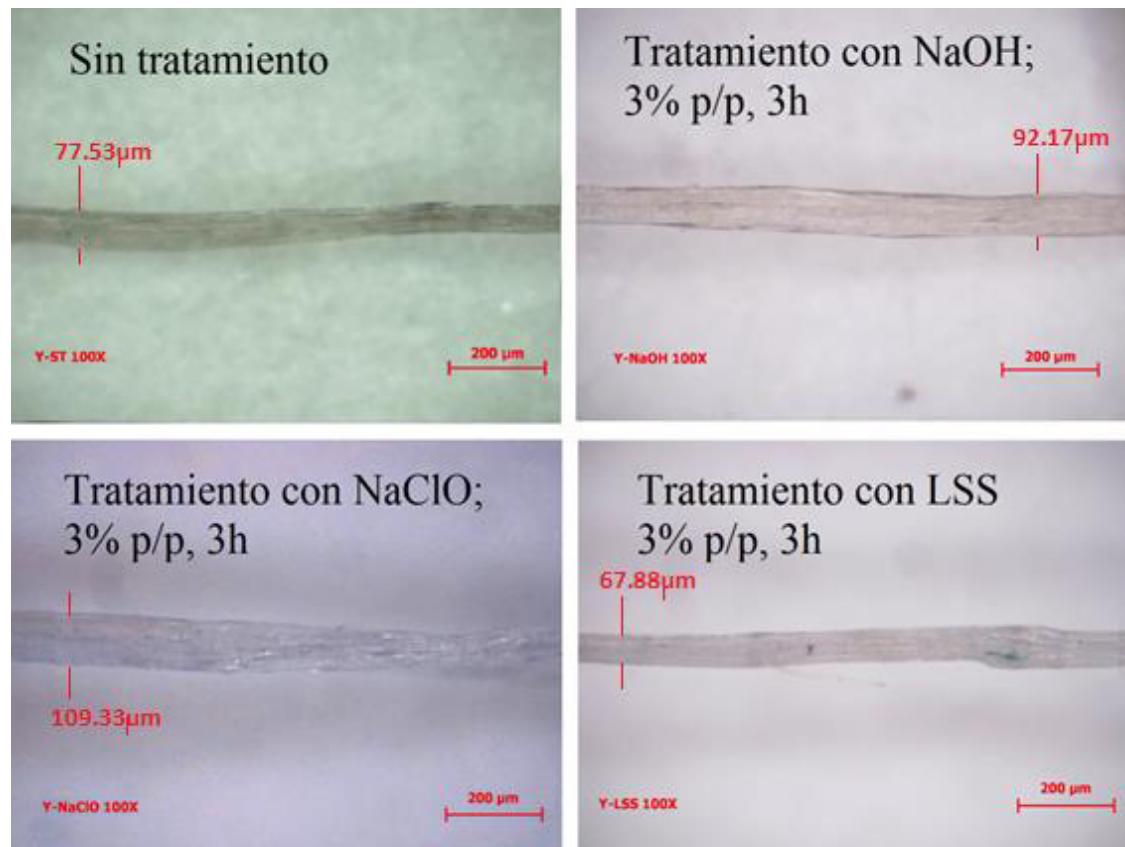


Figura 3.8. Micrografías a 100 X de las fibras de yute tratadas bajo diferentes reactivos.

En la figura 3.9 se muestran las micrografías obtenidas de las fibras de henequén, las cuales revelaron que las fibras presentaron una conformación helicoidal a lo largo de su eje longitudinal. Diversos grupos de investigación han reportado que el arreglo helicoidal observado en las fibras puede impactar en las propiedades mecánicas, ya que dicha morfología ha demostrado determinar generalmente dichas propiedades, a tal grado que se han generado modelos que pueden predecir el módulo de Young a partir del ángulo de la helicoidal [2].

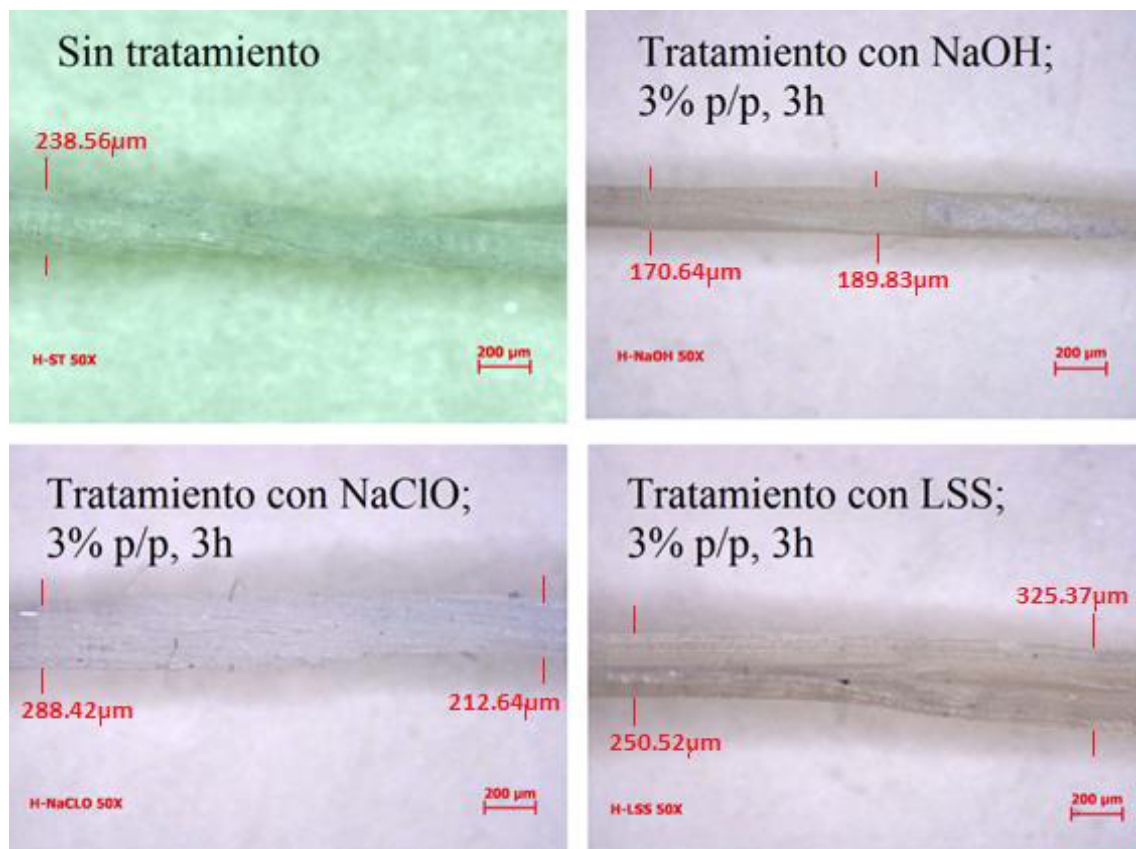


Figura 3.9. Micrografías a 50X de las fibras de henequén tratadas bajo diferentes reactivos.

El diámetro promedio de las fibras de henequén con las que se trabajó fue de 239 μm, mientras la reducción promedio en diámetro fue de 26, 1.7 y 1.6% para las fibras tratadas con NaOH, NaClO y LSS, respectivamente. Esta pérdida de dimensiones se puede asociar a la modificación superficial de las fibras y la consecuente pérdida másica tratada en el primer apartado de este capítulo.

La modificación superficial de las fibras, resultado de los diferentes tratamientos químicos, siguió patrones similares en las fibras de coco, yute y henequén, solamente diferenciadas por la composición particular de cada una de estas fibras, la cual depende de hasta el suelo en donde fue cultivada.

3.5. DETERMINACIÓN DEL PESO ESPECÍFICO Y DENSIDAD DE LOS MATERIALES COMPUESTOS ELABORADOS.

Parte importante de este trabajo es la proyección a futuro de las posibles aplicaciones aeronáuticas de los materiales desarrollados. De ahí que el peso específico y su densidad sea información ingenieril de alta relevancia.

Los resultados obtenidos se muestran en la tabla 3.3 que corresponde a las fibras de coco, yute y henequén.

Tabla 3.3. Peso específico y densidad de los materiales compuestos de matriz epóxica y refuerzo de fibra de coco, yute y henequén.

Fibra	Cantidad de fibra por placa	Tratamiento a la fibra	g/cm ²	g/cm ³
COCO	40 gramos de fibra por placa	S/T	0.38	13.76
		NaOH	0.38	13.73
		LSS	0.37	13.36
	50 gramos de fibra por placa	S/T	0.40	15.97
		NaOH	0.40	14.53
		LSS	0.38	13.97
YUTE	40 gramos de fibra por placa	S/T	0.36	12.09
		NaOH	0.40	14.07
		LSS	0.38	12.53
HENEQUÉN	40 gramos de fibra por placa	S/T	0.39	14.47
		NaOH	0.40	14.33
		LSS	0.38	13.42

Respecto a los resultados obtenidos con la fibra de coco, en donde se trabajó con dos cantidades de fibra de refuerzo, se puede observar que aunque la cantidad de masa de fibra se incrementó en un 25%, el peso específico lo hizo en un 4.4% en promedio y la densidad en un 8.8%. A partir de este resultado, se determinó que el reemplazo volumétrico de fibra por resina impacta de forma positiva en la reducción de peso. Este parámetro no es determinante para la elección de usar 40 o 50 gramos de fibra, por lo que el análisis de esta conveniencia se complementará con las pruebas mecánicas posteriores.

El análisis global de todas las placas de material compuesto que emplearon 40 g de fibra de refuerzo muestra que la diferencia de peso específico y de densidad no fue significativa respecto al tratamiento químico que se les aplicó. Sin embargo es posible apreciar que las placas reforzadas con fibras tratadas con hidróxido sodio presentaron la mayor densidad.

Debido al tipo de manufactura de las placas de material compuesto, en donde el porcentaje de resina existente en la placa estaba ligado a la cantidad de resina que podía absorber la fibra, se puede relacionar la densidad de los materiales compuestos con la cantidad de resina absorbida por las fibras, lo cual es un parámetro positivo, ya que está directamente ligado a la buena interacción entre la resina epóxica y la superficie de las fibras.

Está reportado [12, 13, 14, 20, 21, 24] que el hidróxido de sodio tiende a remover parcialmente la pectina en la superficie de las fibras, componente que determina la rugosidad y porosidad en la pared de éstas. Dicha remoción de pectina propicia que la resina penetre en el cuerpo de la fibra. Otro fenómeno que se presenta es que al remover en gran parte a la lignina y a la celulosa amorfa, los huecos son ocupados por la resina, la cual tiende a desempeñar el papel conglomerante que tenían estos dos componentes, pasando a ser un refuerzo de la celulosa cristalina, este análisis se refrenda con los resultados obtenidos mediante la microscopía óptica.

El mismo efecto, pero en menor proporción, tuvo lugar en las fibras tratadas con lauril sulfato de sodio, tratamiento menos agresivo de acuerdo a los resultados aquí obtenidos, de ahí que la resina encuentre cabida en la superficie porosa donde la pectina se removió parcialmente, pero la lignina y la hemicelulosa continúan presentes [35, 36, 37].

3.6. ENSAYO MECÁNICO A Tensión

Con el propósito de estudiar las propiedades mecánicas de los materiales compuestos reforzados con fibras naturales fabricados por laminado manual con prensado en frío, se realizaron ensayos mecánicos a la tensión siguiendo las especificaciones establecidas en la norma ASTM D3039/ D3039M-08.

Respecto a la manufactura del material compuesto, uno de los parámetros a evaluar fue la cantidad de fibra de refuerzo empleada. Inicialmente, se tomaron como referencia dos niveles, uno con 40 gramos y otro con 50 gramos de fibra de coco.

Tabla 3.4. Resultados de los ensayos a tensión

Refuerzo	Cantidad de fibra [g]	Tratamiento	Esfuerzo máximo a la tensión [Mpa]	Módulo de Young [Gpa]
100% resina epóxica			20.10 +/- 2.23	38.04 +/- 0.91
Fibra de vidrio tipo MAT	40	No aplica	27.21 +/- 7.53	70.52 +/- 2.41
	50	sin tratamiento	22.0 +/- 0.46	26.5 +/- 0.02
		NaOH	23.9 +/- 0.89	35.6 +/- 1.31
		LSS	23.4 +/- 0.88	29.8 +/- 0.38
		NaClO	22.0 +/- 0.77	33.2 +/- 0.57
Fibra de coco		sin tratamiento	21.1 +/- 1.75	29.3 +/- 2.59
	40	NaOH	22.8 +/- 0.84	31.8 +/- 2.17
		LSS	24.0 +/- 0.75	33.7 +/- 1.98
		NaClO	22.3 +/- 0.35	30.5 +/- 0.71
Fibra de Yute	40	sin tratamiento	33.8 +/- 0.62	51.5 +/- 0.21
		NaOH	44.8 +/- 1.37	70.0 +/- 2.08
		LSS	42.2 +/- 1.84	64.0 +/- 1.98
Fibra de Henequén	40	sin tratamiento	32.2 +/- 1.91	49.6 +/- 4.18
		NaOH	35.6 +/- 2.03	57.2 +/- 4.68
		LSS	33.0 +/- 2.61	46.2 +/- 2.67

Las probetas constituidas por un 100% de resina epóxica se ensayaron con la finalidad de tener valores de referencia con respecto a la matriz, dichas probetas soportaron un esfuerzo máximo a la tensión promedio de 20.1 MPa y la relación entre esfuerzo y deformación fue de 38.04 GPa.

Además, se ensayaron probetas de material compuesto de matriz epóxica y refuerzo con fibras de vidrio de una pulgada de largo y en disposición aleatoria. Dicho material fue elaborado bajo el mismo procedimiento que los materiales compuestos reforzados con fibras naturales para llevar a cabo un cotejo objetivo. Estas probetas soportaron un esfuerzo tensor máximo en promedio de 27.21 MPa y el módulo de Young de 70.52 GPa. En la figura 3.10 se pueden observar las gráficas representativas del ensayo a tensión de estas.

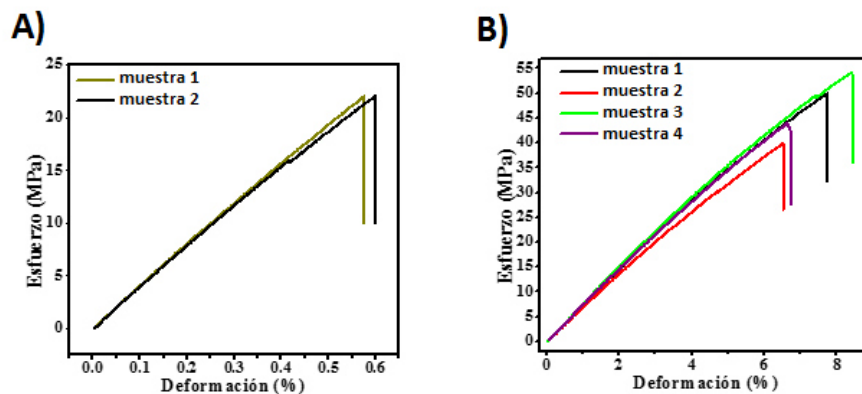


Figura 3.10. Gráficas representativas esfuerzo – deformación. A) Resina epóxica. B) Resina epóxica reforzada con 40 gramos de fibras de vidrio cortas y aleatorias.

Durante el trabajo de experimentación no se observó una diferencia significativa en el desempeño mecánico entre las placas reforzadas con 40 y 50 gramos de fibra de coco, ya que el esfuerzo máximo a la tensión solamente se incrementó en un 1.2 % y el módulo de Young tuvo un decremento insignificante del 0.16 %, aunado a estos resultados el incremento de la densidad en un 8.8 % debido al uso de 50 gramos de refuerzo de fibra de coco con respecto al empleo

de 40 gramos, se decidió trabajar con 40 gramos de fibra de refuerzo en las experimentaciones consecuentes.

Para las fibras de coco, la mayor resistencia a la tensión y módulo de Young se obtuvo en los MCME con refuerzo de fibras de coco tratadas con LSS, seguidas por las tratadas con NaOH. La diferencia del esfuerzo máximo soportado fue de un 5.33 % entre LSS y NaOH, y de un 13.7 % entre las tratadas con LSS y las que no tenían tratamiento. En la figura 3.11 se pueden observar algunas gráficas generadas en los ensayos a tensión para estos materiales.

El mejoramiento de las propiedades mecánicas de los materiales compuestos reforzados con fibras de coco tratadas con LSS, se atribuye a la remoción parcial de lignina y pectina, cerumen y grasas de la superficie de éstas, obteniendo así una mejor adhesión entre la matriz y el refuerzo, así como también a la remoción de la pectina en las paredes de las fibras. La pectina es la responsable, en su mayoría, de la morfología de la superficie de las fibras, y al removerse, total o parcialmente, da pie a una mayor rugosidad y a la generación de huecos intrafibrilares, los cuales dan acceso a la resina epóxica, aumentando la impregnación de ésta en las fibras, dando como consecuencia el mejoramiento de la adhesión [33, 36].

Para el caso de los materiales compuestos reforzados con fibras de coco tratadas con hidróxido de sodio, el mejoramiento de las propiedades mecánicas puede ser asociado a dos fenómenos, el primero es la funcionalización de los grupos hidroxilo en la superficie de las fibras, mejorando de este modo la adhesión fibra–resina epóxica, debido a la afinidad electroquímica al tratarse de dos elementos polares; y el segundo fenómeno se relaciona con la adhesión mecánica, la cual se incrementa al generarse mayor rugosidad en las paredes de las fibras [17,20,21].

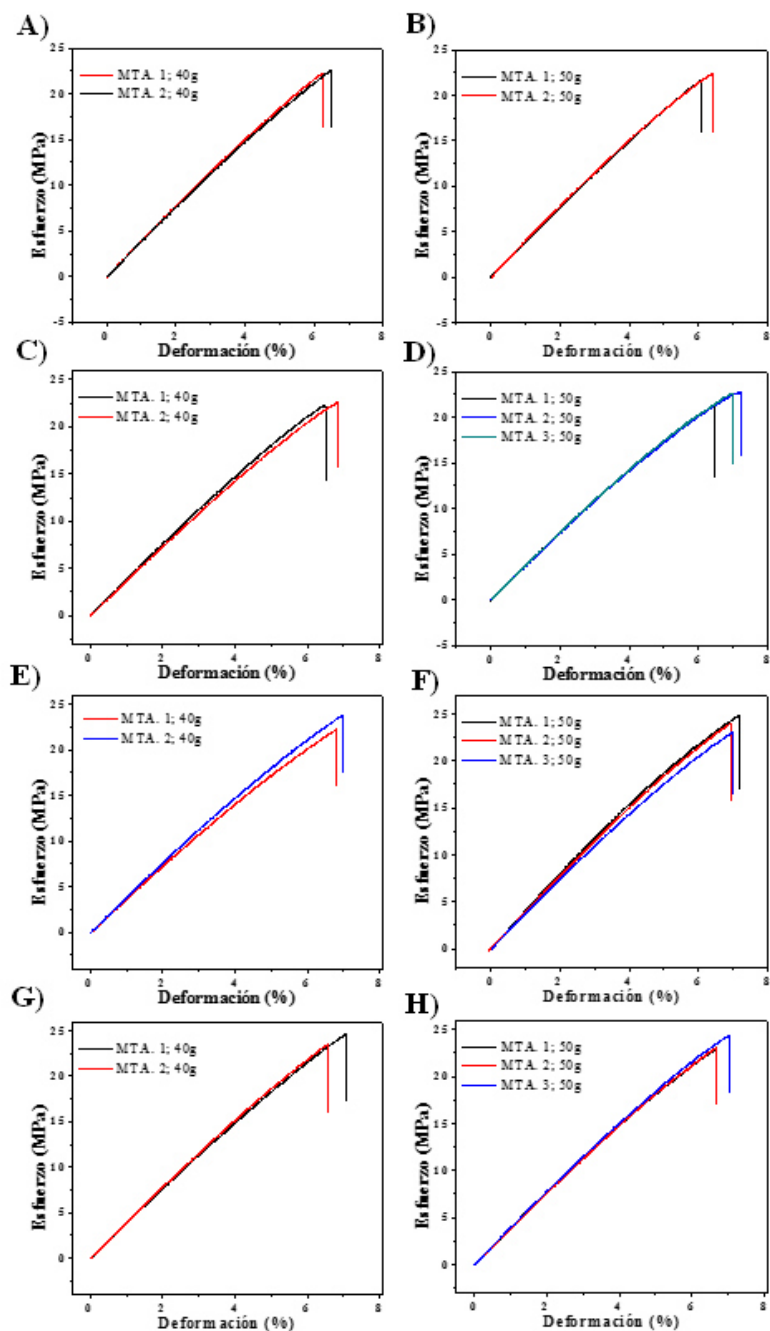


Figura 3.11. Curvas esfuerzo-deformación de los materiales compuestos de matriz epóxica reforzados con diferente cantidad de fibras de coco y agentes modificadores. a) sin tratamiento y 40 g, b) sin tratamiento y 50 g, c) NaClO y 40 g, d) NaClO y 50 g, e) NaOH y 40 g, f) NaOH y 50g, g) LSS y 40 g y h) LSS y 50 g.

En los MCME reforzados con fibras de yute y henequén, el tratamiento con hidróxido de sodio presentó los mejores resultados, por encima de las fibras tratadas con LSS y NaClO. En aquellos que fueron reforzados con fibras de henequén, las que tenían tratamiento con NaOH presentaron un esfuerzo máximo a la tensión 7.9 % mayor que sus análogas tratadas con LSS, mientras que comparadas con las fibras sin tratamiento, la mejora fue del 10.6 %. En las figuras 3.12 y 3.13 se pueden apreciar las curvas generadas en los ensayos a tensión de estos materiales compuestos.

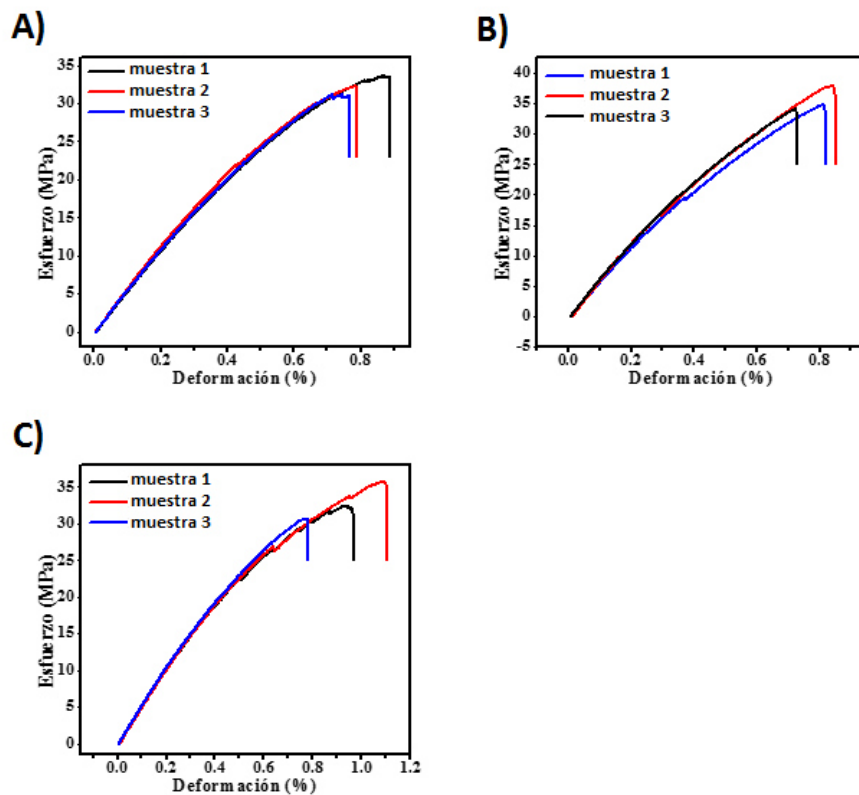


Figura 3.12 Gráficas representativas esfuerzo – deformación para las fibras de henequén. A) fibras sin tratamiento. B) fibras tratadas con hidróxido de sodio. C) fibras tratadas con LSS.

En los MCME reforzados con fibras de yute se obtuvo una mejora del 6.6 % en el esfuerzo máximo a la tensión cuando las fibras se trataron con NaOH con respecto a las tratadas con LSS. A su vez, la mejora de resistencia al

esfuerzo máximo de las tratadas con NaOH con respecto a las no tratadas fue del 32.5% en promedio.

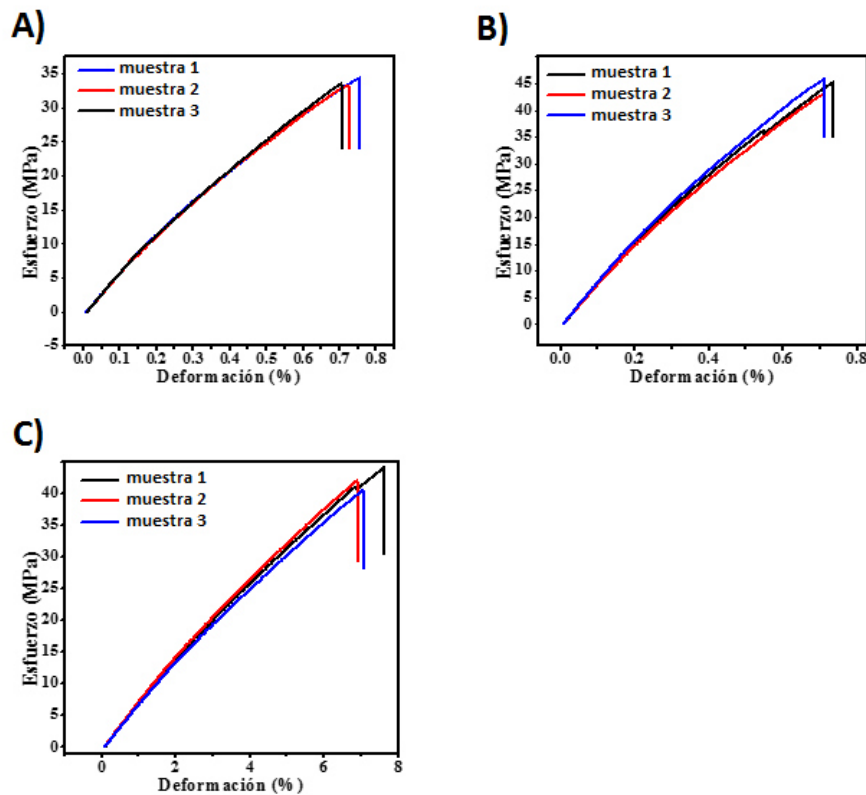


Figura 3.13. Gráficas representativas esfuerzo – deformación para las fibras de yute. A) fibras sin tratamiento. B) fibras tratadas con hidróxido de sodio. C) fibras tratadas con LSS.

Analizando lo anterior, se puede observar claramente que las fibras de yute son las que presentaron una mayor resistencia a la tensión y un mayor módulo de Young cuando trabajaron como refuerzo en matrices epóxicas. Es importante resaltar que las fibras de yute fueron las que obtuvieron una mayor mejoría en su desempeño mecánico al ser tratadas con NaOH, 32.5 %, y LSS, 24.8 %. Estos resultados concuerdan con los obtenidos por M.A. Pinto y colaboradores en el 2013, en donde obtuvieron un esfuerzo máximo a la tensión de 38 MPa con una matriz epóxica y fibras de yute tratadas con NaOH. Cabe destacar que el tratamiento con LSS solo ha sido reportado para fibras de coco, de ahí que la fibra de yute y las propiedades obtenidas sean de sumo interés.

3.7. MICROSCOPIA ÓPTICA EN REGIÓN DE FALLA POR ENSAYO A LA TENSIÓN

En el presente apartado se muestran los resultados obtenidos mediante la microscopía óptica en la zona de ruptura de los materiales compuestos para así determinar si existen indicios de una mejora en la interacción entre los materiales compuestos reforzados con fibras vírgenes y los reforzados con fibras tratadas. Es decir, analizar la región de ruptura en búsqueda de fibras extraídas completas de la matriz, fibras fragmentadas en el mismo sitio que la matriz y fibras con fragmentos de matriz adherida.

Una vez que se ensayaron a tensión las probetas de los distintos materiales compuestos elaborados, se procedió a observar la región de fractura.

En la figura 3.14a-b se muestran las micrografías de microscopía óptica obtenidas para los materiales compuestos reforzados con fibras de coco sin tratamiento químico, en las cuales se observó claramente que las fibras que refuerzan el material compuesto fueron extraídas de forma limpia y completa de éste. Dicho comportamiento puede ser asociado a la pobre interacción existente entre las fibras y la matriz epóxica.

En la figura 3.14c-d se muestran las imágenes de microscopía óptica obtenidas para los materiales compuestos reforzados con fibras de coco tratadas con NaOH. Las imágenes revelan que las fibras en la zona de ruptura presentaron resina adherida sobre sus paredes. Dichos resultados ponen en evidencia que con el tratamiento químico se mejoró la interacción entre la resina epóxica y las fibras de coco.

El mejoramiento de la adherencia puede ser atribuido a dos factores. El primero de estos es debido a la adhesión mecánica, la cual se incrementó como consecuencia de la modificación morfológica de la pared de las fibras, ya que después del tratamiento químico con hidróxido de sodio, la superficie de las fibras se hizo más rugosa. Dado que la solución alcalina de NaOH disuelve parcialmente a la lignina y a la celulosa amorfa, lo cual conlleva a la desfibrilación en la superficie de la fibra, lo que permite que la resina epóxica permee en las fisuras generadas, propiciando una mejor adhesión [34].

El segundo factor de mejoramiento de la adherencia es debido a las propiedades electroquímicas, ya que ha sido reportado que las características hidrofílicas de las fibras vegetales se ven alteradas al funcionalizar las cadenas poliméricas de su superficie con los grupos hidroxilos (-OH). Dando como resultado que la resina de naturaleza hidrofóbica se adhiera mejor en superficies de la misma naturaleza hidrófoba, es decir, en superficies de cadenas hidrocarbonadas (C, H) alifáticas o aromáticas polares.

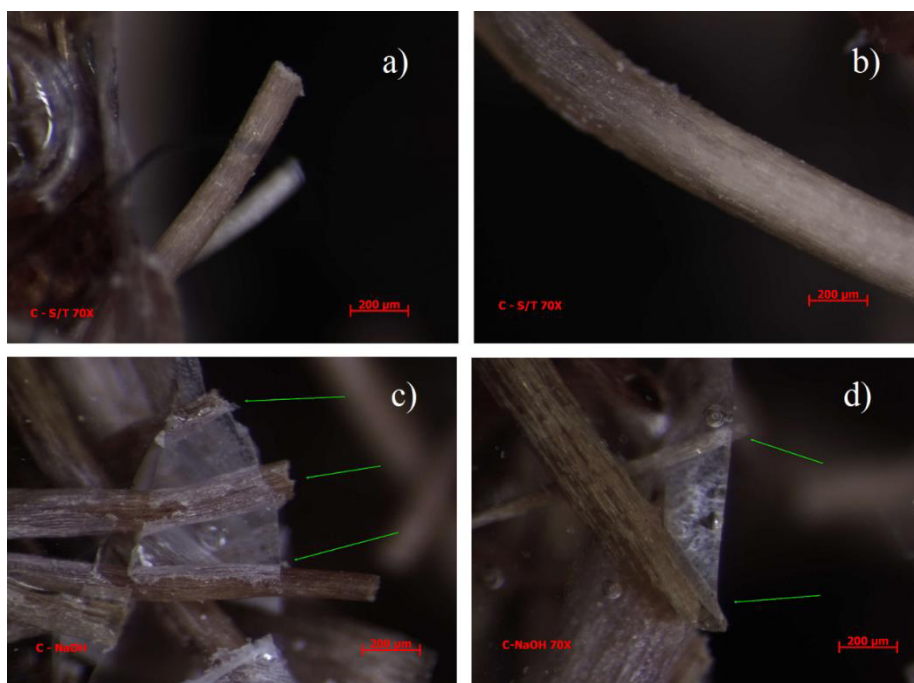


Figura 3.14. Micrografías de la zona de fractura a la tensión de probeta de material compuesto de matriz epóxica con refuerzo de fibra de coco (40 gramos). a) y b) fibras sin tratamiento. c) y d) fibras tratadas con NaOH 3% p/p 3 horas.

En la figura 3.15a-b se muestran las imágenes de microscopía óptica obtenidas para los materiales compuestos reforzados con fibras de coco tratadas con hipoclorito de sodio. El análisis de la región de fractura por esfuerzos a la tensión de la probeta de matriz epóxica y refuerzo de fibras de coco mostró que la falla de los materiales sucedió sin la presencia de fibras extraídas de la matriz, lo que sugiere que fue buena la interacción entre el refuerzo y la fibra.

En la figura 3.15c-d se presentan las figuras correspondientes al material compuesto de matriz epóxica reforzado con fibras de coco tratadas con lauril sulfato de sodio, LSS, en las cuales se observó que tienen un comportamiento similar a las fibras tratadas con hidróxido de sodio, en donde las fibras expuestas después de la fractura presentan residuos de resina epóxica adherida a la superficie de estas. Es importante resaltar que las fibras tratadas con LSS, de acuerdo a los resultados obtenidos con FTIR, no sufrieron una funcionalización en las cadenas poliméricas de las paredes de éstas, y de acuerdo a lo observado con microscopía óptica, tampoco mostraron una modificación morfológica considerable. Por lo que, la buena interacción de la resina con las fibras puede ser consecuencia de la remoción de aceites y cerumen de las paredes de las fibras.

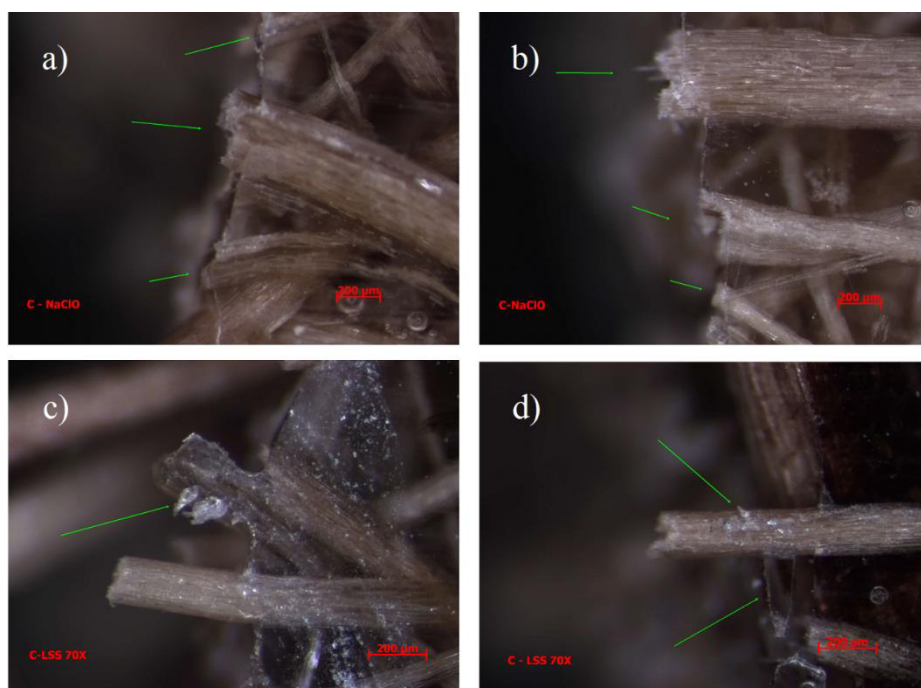


Figura 3.15. Micrografía de las probetas, ensayadas a tensión, de material compuesto de matriz epóxica y fibras de coco. a) y b) corresponde a fibras de coco tratadas con hipoclorito de sodio 3% p/p, 3h; c) y d) corresponden a fibras de coco tratadas con lauril sulfato de sodio 3% p/p, 3h.

En la figura 3.16 correspondiente a las probetas ensayadas que tenían como refuerzo a las fibras de yute se pueden observar los mismos patrones de comportamiento que el de los materiales compuestos reforzados con fibra de coco. Las fibras sin tratamiento se arrancan de la matriz de forma limpia, sin fracturarse en muchos de los casos. Se observa también que en estas ocurre cierta desfibrilación, véase figura 3.16a.

También, se puede observar que la cantidad de burbujas en la matriz epóxica disminuyó respecto a los materiales compuestos reforzados con coco, y las regiones de resina con poca presencia de fibras es menor que en las placas reforzadas con coco. Esto se debe a que las fibras de yute tenían una rigidez menor, y por lo tanto, fue posible distribuirlas de mejor forma en el molde de manufactura.

En la figura 3.17 se presentan las micrografías de la región de falla de las fibras de henequén. Dichas fibras en algunos casos presentaron fragmentación longitudinal. Dicha fragmentación se cree es resultado de la orientación aleatoria de las fibras, lo que ocasiona de que algunas de estas sufran los esfuerzos de forma perpendicular a su eje longitudinal, y debido a la adhesión de estas con la matriz, tienden a dividirse en sus fibrilos elementales. Este fenómeno fue altamente recurrente en la fractura de estas probetas, lo cual muestra su pobre desempeño anisotrópico.

En general, las micrografías aquí presentadas dan una marcada tendencia en el comportamiento de los materiales compuestos, donde en todas las fibras sin tratar se observó un arrancamiento limpio desde la matriz. Para las fibras tratadas con NaOH y LSS se presentaron fracturas de las fibras en el mismo punto donde la matriz fallaba, lo cual conlleva a pensar que la falla de matriz/refuerzo ocurre a la par, esto da una idea de que el refuerzo está aportando resistencia a la tensión en estos casos.

Las fibras que tuvieron menor prolongación después de la línea de fractura fueron las de yute, seguidas de las de henequén, y por último, las de coco.

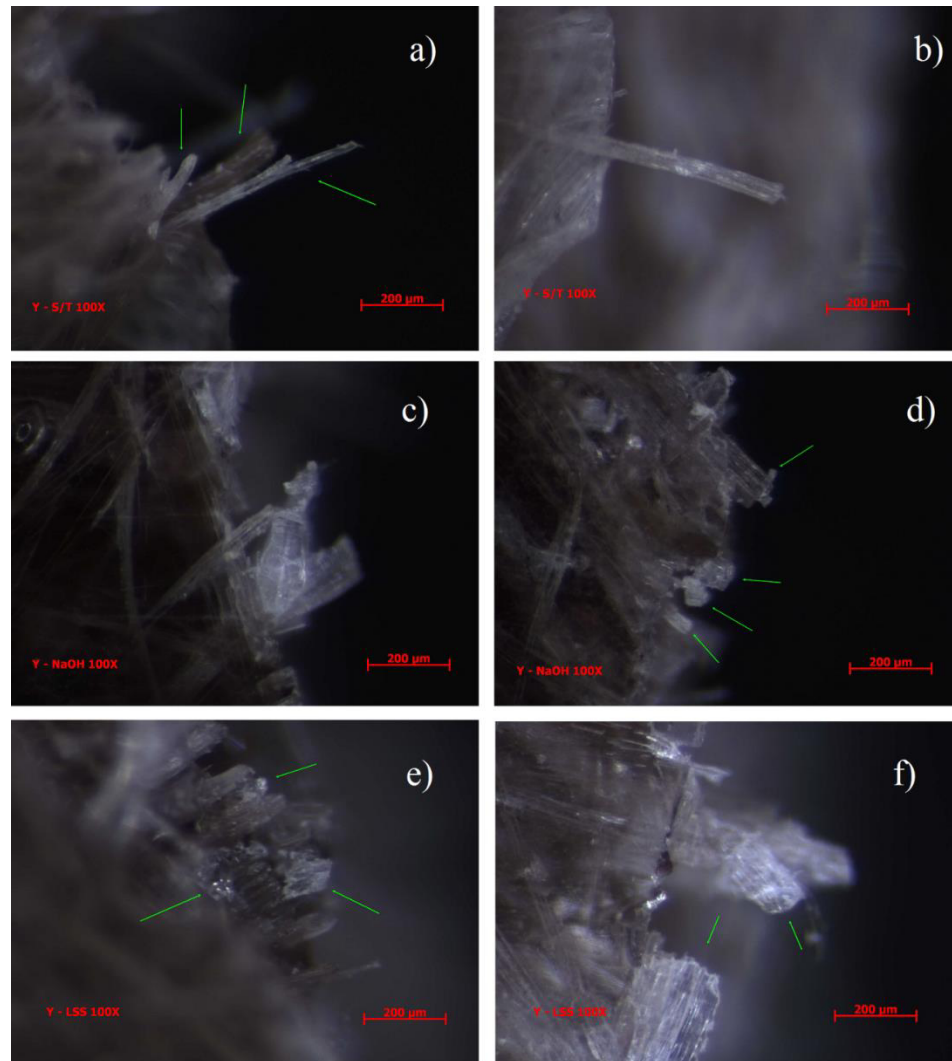


Figura 3.16. Micrografía de las probetas ensayadas a tensión, de material compuesto de matriz epóxica y fibras de yute. a) y b) corresponde a fibras de yute sin tratamiento; c) y d) corresponden a fibras de yute tratadas con hidróxido de sodio 3% p/p, 3h. e) y f) corresponden a las fibras de yute tratadas con lauril sulfato de sodio 3% p/p, 3h.

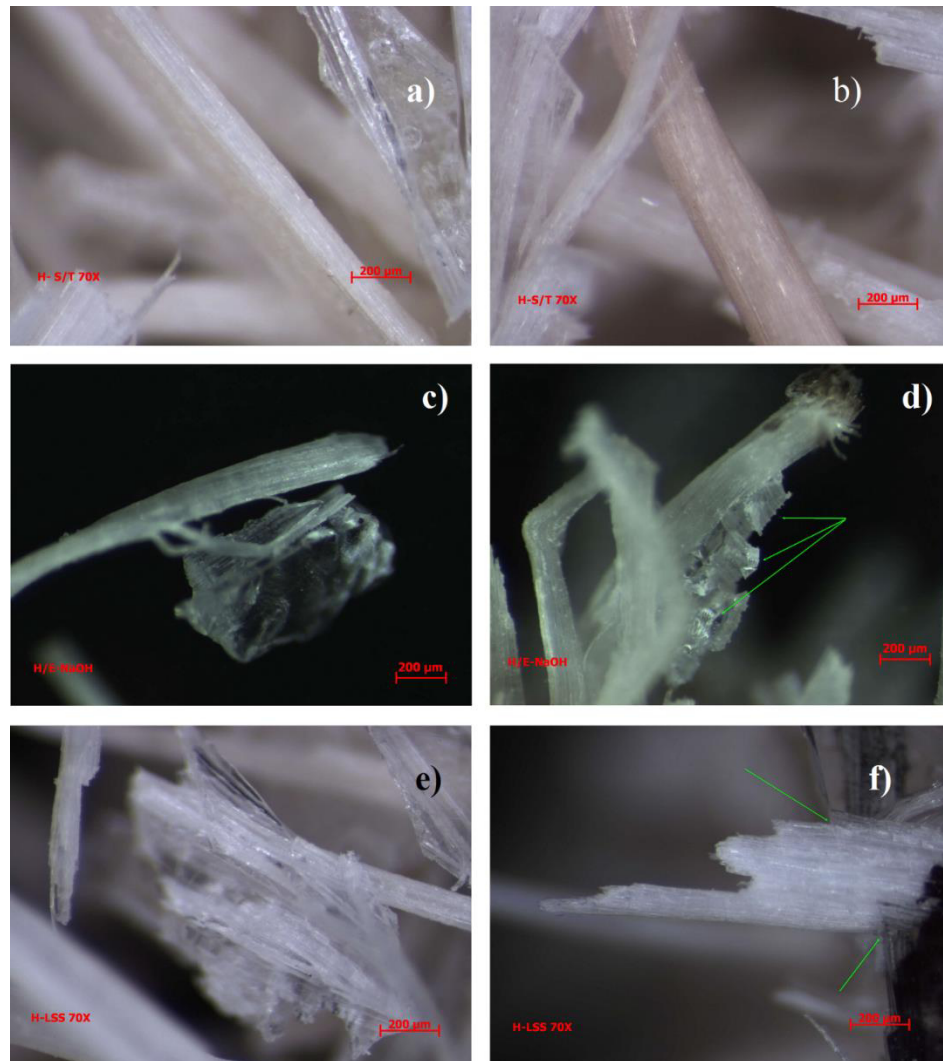


Figura 3.17. Micrografía de las probetas ensayadas a tensión, de material compuesto de matriz epóxica y fibras de henequén. a) y b) corresponde a fibras de henequén sin tratamiento; c) y d) corresponden a fibras de henequén tratadas con hidróxido de sodio 3% p/p, 3h. e) y f) corresponden a las fibras de henequén tratadas con lauril sulfato de sodio 3% p/p, 3h.

3.8. RESULTADOS DE ENSAYO A LA FLEXIÓN 3 PUNTOS

El ensayo a la flexión en tres puntos es una prueba mecánica que sirve para medir el comportamiento de un material sometido a esfuerzos de flexión, que se pueden descomponer en esfuerzos cortantes en la región de la aplicación de la carga y en esfuerzos a tensión y a compresión en las regiones inferior y superior, respectivamente, de ahí lo complejo e importante del estudio de los esfuerzos a flexión en un material ingenieril.

Por ello, en el presente trabajo se evaluó el comportamiento de las probetas ante tres tipos de esfuerzos; i) en la región superior se evaluó la resistencia del material a compresión, zona en donde la matriz epóxica tendría mayor relevancia, ii) en la zona inferior se puso a prueba la resistencia a la tensión, en donde las fibras de refuerzo tendrían mayor aporte que la matriz polimérica y iii) se estudió el esfuerzo cortante en la región de aplicación de la fuerza.

En la tabla 3.5 se muestra el condensado de los datos obtenidos de las pruebas que se efectuaron en los materiales manufacturados, los cuales fueron MCME reforzados con fibras de coco, yute y henequén, cada una con sus respectivos tratamientos químicos para la modificación fisicoquímica superficial. Cabe señalar que se descartó efectuar el refuerzo con fibras no tratadas debido a su pobre desempeño y a que con las pruebas anteriormente realizadas se ha constatado la modificación superficial de las fibras y su impacto en éstas.

Tabla 3.5. Resultados obtenidos de la prueba a flexión en tres puntos en materiales compuestos con fibras dispuestas aleatoriamente, de acuerdo a la norma ASTM D790M.

Matriz	Condiciones de curado	Orientación de las fibras	Fibra de refuerzo	Tratamiento a la fibra	Esfuerzo máximo a la flexión [Mpa]	Módulo elástico a la flexión [GPa]
Epóxica	Presión en frío	Aleatoria/MAT	COCO	NaOH	43.1	3.24
				LSS	41.1	3.09
			YUTE	NaOH	77.3	6.42
				LSS	75.7	6.14
			HENEQUÉN	NaOH	67.8	5.23
				LSS	74.7	5.00

En la tabla 3.5 se puede observar que los MCME que obtuvieron una menor resistencia a la flexión fueron aquellos reforzados con fibras de coco, en donde las que fueron tratadas con hidróxido de sodio presentaron un esfuerzo máximo a la flexión mayor que las tratadas con lauril sulfato de sodio. Los módulos elásticos en flexión fueron mucho menores que los obtenidos con los esfuerzos a la tensión, resultado que expresa la heterogeneidad y anisotropía del material.

En segundo lugar respecto a su capacidad de tolerancia a los esfuerzos a flexión se encuentran los MCME reforzados con fibras de henequén, de los cuales, los reforzados con fibras tratadas con LSS obtuvieron una mayor resistencia a la flexión (10.2 %) que los fabricados con fibras tratadas con NaOH.

Los materiales compuestos reforzados con fibras de yute presentaron los mejores resultados dado que se obtuvieron valores de casi el doble de magnitud con respecto a los obtenidos para los MCME reforzados con fibras de coco.

En este caso, las fibras de yute tratadas con hidróxido de sodio mostraron la mayor resistencia a la flexión, aunque tan solo fue de un 2.1 % por arriba del esfuerzo soportado por las fibras tratadas con lauril sulfato de sodio.

Estos resultados concuerdan con los obtenidos por R. Hossain y colaboradores en el 2013, en donde obtuvieron valores de esfuerzos últimos a la flexión de 123.7MPa para probetas con fibras de yute orientadas longitudinalmente y de 22.5MPa para probetas con fibras de yute orientadas transversalmente, esto da un promedio de 73MPa. Como se puede ver, los resultados obtenidos en este trabajo son prometedores, ya que con el tratamiento de LSS se obtuvieron valores por arriba de los reportados en la literatura.

Por último, y como un preámbulo a los trabajos a futuro, en la tabla 3.6 se presentan los resultados de las pruebas a flexión efectuadas sobre materiales compuestos de matriz epóxica reforzados con fibras de yute tejidas con orientación 0°/90°. Dichos materiales se manufacturaron y curaron con técnicas distintas, ya que se implementó el moldeo por vacío con presión externa controlada y temperatura de curado controlada a 60°C. Dicha implementación se efectuó para medir el impacto de una mejora en la técnica de manufactura, con miras a la generación de materiales ingenieriles de aplicación en la industria aeroespacial.

Tabla 3.6. Resultados obtenidos de la prueba a flexión en tres puntos en materiales compuestos con fibras tejidas a 0°/ 90°, de acuerdo a la norma ASTM D790M.

Matriz	Fibra	Orientación de las fibras	Condiciones de manufactura	Tratamiento a la fibra	Esfuerzo máximo a la flexión [Mpa]	Módulo elástico a la flexión [GPa]
Epóxica	Yute	Tejida 0°/90°	Presión en frío	NaOH	70.0	5.6
				LSS	78.2	5.9
			Moldeo por vacío/ Temperatura de 60° C	Sin tratamiento	116.2	6.8
				NaOH	117.4	6.2
				LSS	114.8	6.4

Los resultados obtenidos muestran que el uso de fibra de yute tejida 0°/90° tratada con NaOH y LSS resultó en una mejoría con respecto a sus análogas con orientación aleatoria tipo MAT de casi un 60 % en resistencia a la flexión, lo que da una clara muestra de que las propiedades mecánicas de los materiales pueden ser mejoradas mediante la aplicación de diversos métodos para la fabricación de MCME y tejido de las fibras.

4. CONCLUSIONES

Se diseñó una matriz de experimentación la cual fue efectuada sobre las fibras de coco, las cuales fueron tratadas con soluciones acuosas de hidróxido de sodio, hipoclorito de sodio y lauril sulfato de sodio, al 3, 5 y 10%p/p, durante un tiempo de exposición de 3, 6, 12 y 24 horas. Los resultados obtenidos evidenciaron que la morfología de la superficie de las fibras, el diámetro de la sección transversal de estas y el nivel de remoción de celulosa cristalina, celulosa amorfa, lignina, pectina y ceras que constituyen a las fibras, fueron modificadas en diferentes proporciones según el reactivo químico, la concentración de este y el tiempo empleado en el tratamiento.

Se determinó, con base a los estudios de pérdida másica, FTIR, absorción de agua, retención de agua, porcentaje de humedad y microscopía óptica, que los tratamientos efectuados durante 3 horas y con una concentración de 3%p/p fueron suficientes para producir una modificación sustancial en las fibras y a su vez, sin afectar negativamente a los constituyentes estructurales de las fibras.

Se elaboraron placas de material compuesto de matriz epóxica con refuerzo de fibras de coco, yute y henequén, mediante el método de deposición manual aleatoria de fibras con curado en frío con compresión. Se asocia al desempeño mecánico de estos materiales compuestos con el tipo de fibra empleado en el refuerzo y sobre todo, al tipo de tratamiento químico efectuado sobre las fibras.

Los resultados obtenidos demuestran que las fibras tratadas con hipoclorito de sodio al 3%p/p durante 3 horas no aportan mejoría en el

desempeño fisicoquímico al trabajar como refuerzo en materiales compuestos de matriz epóxica.

En términos generales, las fibras de yute demostraron ser una mejor opción como refuerzo de matrices epóxicas, seguidas de las fibras de henequén. Aunado a esto, las fibras que fueron tratadas con hidróxido de sodio aportaron más resistencia al trabajar como refuerzo, seguidas de las que fueron tratadas con lauril sulfato de sodio.

La densidad de los materiales compuestos de matriz epóxica reforzados con las fibras vegetales propuestas es menor que los materiales compuestos de matriz epóxica reforzados con fibra de vidrio, lo que es un aliciente para su uso en componentes de aeronaves no estructurales, siempre y cuando se cumpla con el marco normativo vigente.

La falla a la tensión de los materiales elaborados fue del tipo fractura frágil, la cual así se esperaba que fuese. lo que se pudo corroborar en el estudio microscópico fue que en la generalidad, no hubo fragmentación de la resina en la región de falla, lo que habla de una buena constitución de la matriz. Respecto a la evaluación de la interacción matriz – refuerzo, mediante las micrografías se pudo ver la diferencia entre la zona de fractura de las probetas con fibras tratadas y no tratadas, donde se apreció que mientras mejores fueron las propiedades mecánicas, mayores residuos adheridos de resina se encontraron en las fibras, lo cual refleja una mejor interacción entre el refuerzo y la resina epóxica.

A la vista de los resultados obtenidos se plantea el empleo de lauril sulfato de sodio como un agente modificador de fibras vegetales, ya que su desempeño mecánico al trabajar como refuerzos en matrices epóxicas resultó muy cercano al obtenido con las fibras tratadas con hidróxido de sodio, con la ventaja de que el lauril sulfato de sodio es menos agresivo con la lignina y la celulosa amorfa, aparte de que su manejo en el laboratorio es menos peligroso y su impacto ambiental es menor.

5. REFERENCIAS

- [1] D. GAY, S. V. HOA, S. W. TSAI, Composite materials. Design and Applications, CRC Press. 2003, Capítulo 1-2.
- [2] A. K. BLEDZKI, J. GASSAN, Composites reinforced with cellulose based fibers, *Progress in Polymer Science*, 1999, Vol. 24, p. 221-274.
- [3] A. BAKER, S. DUTTON, D. KELLY, Composite materials for aircraft structures, 2nd Edition, AIAA Education series. Capítulo 2-4.
- [4] ROBERT M. JONES, Mechanics of composite materials, 2nd Edition, Taylor & Francis. Capítulo 1.
- [5] <http://www2.owenscorning.com/acquainted/about/history/index.asp>
- [6] http://www2.dupont.com/Phoenix_Heritage/en_US/1936_detail.html
- [7] T. P. SATHISHKUMAR, S. SATHEESHKUMAR, J. NAVEEN, Glass fiber-reinforced polymer composites – A review, *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 2014, Vol. 8, p. 1-8.
- [8] S. V. JOSHI, L. T. DRZAL, A. K. MOHANTY, S. ARORA, Are natural fiber composites environmentally superior to glass fiber reinforced composites?, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2004, Vol. 35, p. 371-376.
- [9] G. CRISTALDI, A. LATTERI, G. RECCA, G. CICALA, Composites based on natural fiber fabrics, *Woven Fabric Engineering*, 2010, p. 317-342.
- [10] http://ec.europa.eu/environment/waste/elv_index.htm
- [11] N. ABDULLAH, F. SULAIMAN, The oil palm wastes in Malaysia, *Biomass Now-Sustainable Growth and Use*, 2013, Vol. 3, p. 75-100.
- [12] APARNA ROY, SUMIT CHAKRABORTY, SARADA PRASAD KUNDU, RATAN KUMAR BASAK, SUBHASISH BASU MAJUMDER, BASUDAM ADHIKARI. Improvement in mechanical properties of jute fibers through

- mild alkali treatment as demonstrated by utilization of the Weibull distribution model. *Bioresource Technology*, 2012, Vol. 107, p. 222-228.
- [13] T. P. Mohan, K. Kanny, Chemical treatment of sisal fiber using alkali and clay method, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2012, Vol. 43, p. 1989-1998.
- [14] J. T. KIM, A. N. NETRAVALI. Mercerization of sisal fibers: Effect of tension on mechanical properties of sisal fiber and fiber-reinforced composites, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2010, Vol. 41, p. 1245-1252.
- [15] A. N. TOWO, M. P. ANSELL, Fatigue of sisal fibre reinforced composites: Constant-life diagrams and hysteresis loop capture, *Composites Science and Technology*, 2008, Vol. 68, p. 915-924.
- [16] M. Z. RONG, M. Q. ZHANG, Y. LIU, G. C. YANG, H. M. ZENG, The effect of fiber treatment on the mechanical properties of unidirectional sisal-reinforced epoxy composites, *Composites Science and Technology*, 2001, Vol. 61, p. 1437-1447.
- [17] F. I. ROMLI, A. N. ALIAS, A. S. MOHD RAFIE, D. L. A. ABDUL MAJID FACTORIAL, Study on the tensile strength of a coir fiber-reinforced epoxy composite, *AASRI Procedia*, 2012, Vol. 3, p. 242-247.
- [18] S. HARISH, D. P. MICHAEL, A. BENSELY, D. M. LAL, A. RAJADURAI, Mechanical property evaluation of natural fiber coir composite, *Materials Characterization*, 2009, Vol. 60, p. 44-49.
- [19] M. Y. MOHD ZUHRI, S. MOHD SAPUAN, I. NAPSIAH, W. RIZA, Mechanical properties of short random oil palm fibre reinforced epoxy composites, *Sains Malaysiana*, 2010, Vol. 39, p. 87-92.
- [20] R. NARENDAR, K. PRIYA DASAN, Chemical treatments of coir pith: Morphology, chemical composition, thermal and water retention behavior, *Composites Part B: Engineering*, 2014, Vol. 56, p. 770-779.
- [21] R. NARENDAR, K. PRIYA DASAN, Effect of alkali treatment and fiber length on impact behavior of coir fiber reinforced epoxy composites, *Journal of scientific and industrial research*, 2012, Vol. 71, p. 627-631.

- [22] BUJANG, I. Z.; AWANG, M. K.; ISMAIL, A. E. Study on the dynamic characteristic of coconut fiber reinforced composites, *Regional Conference on Engineering Mathematics, Mechanics, Manufacturing & Architecture*, 2007, p. 185-202.
- [23] H. ABRAL, Z. AMIN, M. PERDANA, I. IMRA, S. SYAFNIL, E. KASMIANTO, F. REZA, G. MAHARDIKA, Vacuum effect on improvement of mechanical properties of natural fiber reinforced composite, *Teknika*, 2011, Vol. 2, p. 20-25.
- [24] M. M. KABIR, H. WANG, K. T. LAU, F. CARDONA. Chemical treatments on plant-based natural fiber reinforced polymer composites: An overview, *Composites Part B: Engineering*, 2012, Vol. 43, p. 2883-2892.
- [25] E. L. MCKAGUE, J. D. REYNOLDS, J. E. HALKIAS. Moisture diffusion in fiber-reinforced plastics, *Journal of Engineering Materials and Technology*, 1976, Vol. 98, p. 92-95.
- [26] M. C. M. CUCARELLA. Effect of moisture on epoxy resins and epoxy composites, I) Bisphenol-A based epoxy cured with amine – amine hardener, *Latin-American Journal of Metallurgy and Materials*, 1984, Vol. 4, p. 32-41
- [27] J. CRANK, G. S. PARK. Diffusion in high polymers: Some anomalies and their significance, *Transactions of the Faraday Society*, 1951, Vol. 47, p. 1072-1084.
- [28] YAN LI, YIU-WING MAI, LIN YE. Sisal fibre and its composites: A review of recent developments, *Composites Science and Technology*, 2000, Vol. 60, p. 2037-2055.
- [29] A. TÍMAR-BALÁZSY, D. EASTOP. Cleaning by chemical reaction. *Chemical principles of textile conservation*. Ed. Butterworth-Heineman series in conservation and museology. 1998. p. 226.
- [30] J. GIRIDHAR, KISHORE, R. M. V. G. K. RAO. Moisture absorption characteristics of natural fiber composites. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 1986, Vol. 5, p. 141-150.

- [31] PEDRO P. MARTÍN. New generation of materials for the aerospace industry: Green aircraft interiors, *Leuven*, 04.12.2012 Boeing Research & Technology.
- [32] J. R. VINSON, R. B. PIPEA, W. J. WALKER, D. L. ULRICH. The effects of relative humidity and elevated temperature on composite structures, *Delaware Univ Newark Center for Composite Materials*, 1976.
- [33] A. KARTHIKEYAN, K. BALAMURUGAN, A. KALPANA. The effect of SLS treatment on tensile property of coconut fiber reinforced epoxy composites, *Iranian Journal of Science and Technology, Transactions of Mechanical Engineering*, 2014, Vol. 38, p. 157-166.
- [34] TINGJU LUA, MAN JIANGA, ZHONGGUO JIANGB, DAVID HUIC, ZEYONG WANGA, ZUOWAN ZHOU. Effect of surface modification of bamboo cellulose fibers on mechanical properties of cellulose/epoxy composites, *Composites Part B: Engineering*, 2013, Vol. 51, p. 28-34.
- [35] M. THIRUCHITRAMBALAM, A. ALAVUDEEN, A. ATHIJAYAMANI, N. VENKATESHWARAN, A. ELAYA PERUMAL. Improving mechanical properties of banana/kenaf polyester hybrid composites using sodium lauryl sulfate treatment, *Materials Physics and Mechanics*, 2009, Vol. 8, p. 165-173.
- [36] A. KARTHIKEYAN, K. BALAMURUGAN, A. KALPANA. The new approach to improve the impact property of coconut fiber reinforced epoxy composites using sodium lauryl sulfate treatment, *Journal of Scientific & Industrial Research*, 2013, Vol. 72, p. 132-136.
- [37] XIAOSONG HUANG, ANIL NETRAVALI. Characterization of flax fiber reinforced soy protein resin based green composites modified with nano-clay particles, *Composites Science and Technology*, 2007, Vol. 67, p. 2005-2014.
- [38] R. A. CUNNINGHAM, High temperature degradation mechanisms in polymer matrix composites. 1996.
- [39] BABATUNDE BOLASODUN, ALAN NESBITT, ARTHUR WILKINSON, RICHARD DAY. Decomposition and chemical analysis of cured epoxy

- system using a microwave reaction system, *International Journal of Scientific & Technology Research*, 2013, Vol. 2, p. 19-26.
- [40] A.I.S. BRÍGIDA, V.M.A. CALADO, L.R.B. GONZALVES, M.A.Z. COELHO. Effect of chemical treatments on properties of green coconut fiber. *Carbohydrate polymers*, 2010, Vol. 79, p. 832-838.
- [41] VIVEK MISHRA, SANDHYARANI BISWAS. Physical and mechanical properties of bi-directional jute fiber epoxy composites, *Procedia Engineering*, 2013, Vol. 51, p. 561-566.
- [42] MICHAEL A. PINTO, VIJAYA B. CHALIVENDRA, YONG K. KIM, ARMAND F. LEWIS. Effect of surface treatment and Z-Axis reinforcement of the interlaminar fracture of jute/epoxy laminated composites, *Engineering Fracture Mechanics*, 2013, Vol. 114, p. 104-114.
- [43] SAHEB, D. NABI, et al. Natural fiber polymer composites: a review. *Advances in polymer technology*, 1999, Vol. 18, p. 351-363.
- [44] RIEDEL, ULRICH; NICKEL, JÖRG. Applications of natural fiber composites for constructive parts in aerospace, automobiles, and other areas. *Biopolymers Online*, 2005, Cap. 6.
- [45] GIUSEPPE CRISTALDI, ALBERTA LATTERI, GIUSEPPE RECCA AND GIANLUCA CICALA. Woven fabric engineering - Composites based on natural fibre fabrics. *Intechopen*, 2010, Cap. 17.
- [46] THE BOEING COMPANY, 2012, Green aircraft interior panels. Patent US 20120148824 A1. 2012. United States.
- [47] UMAR ALI, KHAIRIL JUHANNI BT. ABD KARIM, NOR AZIAH BUANG. A Review of the Properties and Applications of Poly (Methyl Methacrylate) (PMMA). *Polymer reviews*, 2015, Vol. 55.